

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

Absender: MIT DER INTERNATIONALEN VORLÄUFIGEN  
PRÜFUNG BEAUFTRAGTE BEHÖRDE

Eingang 12.04.01  
9.

## PCT

|  |
|--|
| An:  |
| TILGER, Bernhard<br>Patentwalt<br>Erbisgasse 3<br>D64646 Heppenheim<br>ALLEMAGNE |

MITTEILUNG ÜBER DIE ÜBERSENDUNG  
DES INTERNATIONALEN VORLÄUFIGEN  
PRÜFUNGSBERICHTS  
(Regel 71.1 PCT)

|                                  |            |
|----------------------------------|------------|
| Absendedatum<br>(Tag/Monat/Jahr) | 11.04.2001 |
|----------------------------------|------------|

|  |                            |
|--|----------------------------|
| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts<br>Uni 2 PCT | <b>WICHTIGE MITTEILUNG</b> |
|--|----------------------------|

|  |   |  |
|--|---|--|
| Internationales Aktenzeichen<br>PCT/DE00/00003 | Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr)<br>04/01/2000 | Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)<br>05/01/1999 |
|--|---|--|

|  |
|--|
| Anmelder<br>KROTIL, Hans-Ulrich et al. |
|--|

1. Dem Anmelder wird mitgeteilt, daß ihm die mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde hiermit den zu der internationalen Anmeldung erstellten internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, gegebenenfalls mit den dazugehörigen Anlagen, übermittelt.
2. Eine Kopie des Berichts wird - gegebenenfalls mit den dazugehörigen Anlagen - dem Internationalen Büro zur Weiterleitung an alle ausgewählten Ämter übermittelt.
3. Auf Wunsch eines ausgewählten Amtes wird das Internationale Büro eine Übersetzung des Berichts (jedoch nicht der Anlagen) ins Englische anfertigen und diesem Amt übermitteln.

#### 4. ERINNERUNG

Zum Eintritt in die nationale Phase hat der Anmelder vor jedem ausgewählten Amt innerhalb von 30 Monaten ab dem Prioritätsdatum (oder in manchen Ämtern noch später) bestimmte Handlungen (Einreichung von Übersetzungen und Entrichtung nationaler Gebühren) vorzunehmen (Artikel 39 (1)) (siehe auch die durch das Internationale Büro im Formblatt PCT/IB/301 übermittelte Information).

Ist einem ausgewählten Amt eine Übersetzung der internationalen Anmeldung zu übermitteln, so muß diese Übersetzung auch Übersetzungen aller Anlagen zum internationalen vorläufigen Prüfungsbericht enthalten. Es ist Aufgabe des Anmelders, solche Übersetzungen anzufertigen und den betroffenen ausgewählten Ämtern direkt zuzuleiten.

Weitere Einzelheiten zu den maßgebenden Fristen und Erfordernissen der ausgewählten Ämter sind Band II des PCT-Leitfadens für Anmelder zu entnehmen.

|   |  |
|---|--|
| Name und Postanschrift der mit der Internationalen Prüfung beauftragten Behörde<br><br>Europäisches Patentamt<br>D-80298 München<br>Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d<br>Fax: +49 89 2399 - 4465 | Bevollmächtigter Bediensteter<br><br>Weber, R<br><br>Tel. +49 89 2399-2382 |
|---|--|



## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents  
 United States Patent and Trademark  
 Office  
 Box PCT  
 Washington, D.C.20231  
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

|   |   |
|---|---|
| <b>Date of mailing (day/month/year)</b><br>28 September 2000 (28.09.00)         | <b>Applicant's or agent's file reference</b><br>Uni 2 PCT           |
| <b>International application No.</b><br>PCT/DE00/00003                          | <b>Priority date (day/month/year)</b><br>05 January 1999 (05.01.99) |
| <b>International filing date (day/month/year)</b><br>04 January 2000 (04.01.00) |   |
| <b>Applicant</b><br>KROTIL, Hans-Ulrich et al                                   |   |

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

03 August 2000 (03.08.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was  
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

BEST AVAILABLE COPY

|   |  |
|---|--|
| The International Bureau of WIPO<br>34, chemin des Colombettes<br>1211 Geneva 20, Switzerland<br><br>Facsimile No.: (41-22) 740.14.35 | Authorized officer<br><br>Antonia Muller<br><br>Telephone No.: (41-22) 338.83.38 |
|---|--|

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

50004

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

|   |   |  |
|---|---|--|
| Applicant's or agent's file reference<br>Uni 2 PCT  | <b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416) |  |
| International application No.<br>PCT/DE00/00003   | International filing date (day/month/year)<br>04 January 2000 (04.01.00)  | Priority date (day/month/year)<br>05 January 1999 (05.01.99) |
| International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC<br>G01N 13/16, 19/00 |   |  |
| Applicant<br>KROTIL, Hans-Ulrich  |   |  |

- This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
- This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.  
  
☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 11 sheets.

- This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

|   |   |
|---|---|
| Date of submission of the demand<br>03 August 2000 (03.08.00) | Date of completion of this report<br>11 April 2001 (11.04.2001) |
| Name and mailing address of the IPEA/EP                       | Authorized officer  |
| Facsimile No.   | Telephone No.   |

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/DE00/00003

## I. Basis of the report

### 1. With regard to the elements of the international application:\*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:  
 pages \_\_\_\_\_ 6-21 \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_ 1-5 \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ 24 March 2001 (24.03.2001)
- ☒ the claims:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_ 1-27 \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ 24 March 2001 (24.03.2001)
- ☒ the drawings:  
 pages \_\_\_\_\_ 1/12-12/12 \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

### 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

### 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

### 4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

### 5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/DE 00/00003

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

|                               |        |      |     |
|-------------------------------|--------|------|-----|
| Novelty (N)                   | Claims | 1-27 | YES |
|                               | Claims |      | NO  |
| Inventive step (IS)           | Claims | 1-27 | YES |
|                               | Claims |      | NO  |
| Industrial applicability (IA) | Claims | 1-27 | YES |
|                               | Claims |      | NO  |

### 2. Citations and explanations

D1: KOLESKE D D ET AL: 'DESIGN AND CALIBRATION OF A  
SCANNING FORCE MICROSCOPE FOR FRICTION, ADHESION, AND  
CONTACT POTENTIAL STUDIES' REVIEW OF SCIENTIFIC  
INSTRUMENTS, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS, NEW  
YORK, vol. 66, no. 9, 1 September 1995 (1995-09-01),  
pages 4566-4574, XP000528719 ISSN: 0034-6748.

#### Technical field:

The application relates to a device for raster probe microscope.

#### Problem:

The problem addressed by the invention consists in providing a raster probe measuring method with which at least adhesion and friction can be measured simultaneously.

#### Solution:

Raster probe microscope according to Claim 1 and method according to Claim 14 in which the raster probe and/or sample are subjected to a first and second oscillation and two of the indicated material properties are recorded simultaneously from the measured signals.

Prior art:

D1 discloses a raster probe microscope for measuring adhesion, frictional force and contact potential with a segmented photodiode and with piezoelements for moving the sample and the raster probe. The features of the characterizing part of the independent claims are not disclosed in D1.

The subject matter of Claims 1 and 14 is therefore novel (PCT Article 33(2)).

The solution suggested by the application is not obvious from any of the documents disclosed in the search report. Claims 1 and 14 therefore meet the requirement of inventive step (PCT Article 33(3)).

Industrial applicability is clear.

Claims 2 to 13 and 15 to 27 are dependent claims and therefore also meet the criterion stipulated by the PCT.

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7:

G01N 13/16, 19/00

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/40946

(43) Internationales  
Veröffentlichungsdatum:

13. Juli 2000 (13.07.00)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE00/00003

(22) Internationales Anmeldedatum: 4. Januar 2000 (04.01.00)

(30) Prioritätsdaten:  
199 00 114.6 5. Januar 1999 (05.01.99)

(71)(72) Anmelder und Erfinder: KROTTIL, Hans-Ulrich  
[DE/DE]; Ulmer-Strasse 16, D-89233 Neu-Ulm (DE).

(72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): STIFTER, Thomas [DE/DE];  
Reichbergstrasse 7, D-89281 Illersheim (DE). MARTI,  
Ochmaier [DE/DE]; Keltternweg 123, D-89075 Ulm (DE).

(74) Anwalt: TILGER, Bernhard; Erbisgasse 3, D-64646 Heppenheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), curasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

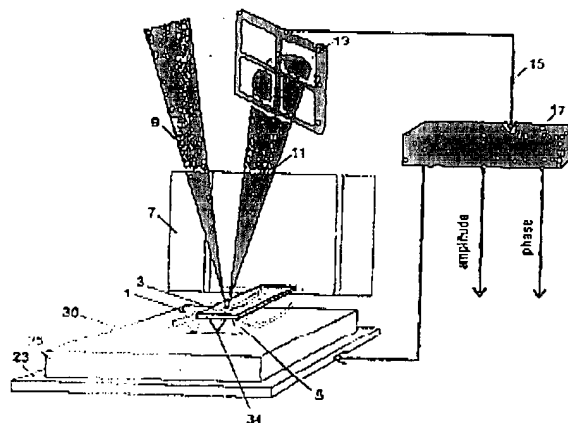
Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist: Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR SIMULTANEOUSLY DETERMINING THE ADHESION, FRICTION, AND OTHER MATERIAL PROPERTIES OF A SAMPLE SURFACE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR GLEICHZEITIGEN BESTIMMUNG DER ADHÄSION, DER REIBUNG UND WEITERER MATERIALEIGENSCHAFTEN EINER PROBEN-OBERFLÄCHE

(57) Abstract

The invention relates to a method for the location-resolved, simultaneous detection of adhesion and friction and optionally of other material properties of a sample surface (30) to be examined. To this end a raster probe (1) is used which comprises a raster probe microscope. Said raster probe (1) and/or the sample (25) with the sample surface (30) to be examined are displaced until the raster probe (1), at a position (34) of the sample surface (30) to be examined, interacts in a defined manner with the same. The raster probe (1) and/or the sample (25) are subjected to a vertical oscillation and a measuring signal is recorded which characterizes the deformation of the raster probe (1). In addition, a second measuring signal is recorded which characterizes the deformation of the raster probe (1), whereby the raster probe (1) and/or the sample (25) are subjected to a horizontal and/or vertical oscillation. The desired material properties are now determined from both of these measuring signals using an appropriate evaluation device. The raster probe (1) and/or the sample (25) are displaced once again in order to record the entire surface area to be examined, and are brought into contact with the sample surface (30) in the above-described manner in order to repeat the described measuring procedure at the next position to be examined. The invention also relates to a suitable raster probe microscope for carrying out this method.



Verfahren und Vorrichtung zur gleichzeitigen Bestimmung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften einer Probenoberfläche

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Oberflächentopographie, die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung sowie die Elastizität und Steifigkeit, mittels eines Rastersonde umfassenden Rastersondenmikroskops. Die Erfindung betrifft auch ein verbessertes Rastersondenmikroskop zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Die Rastersondenmikroskopie ermöglicht die zerstörungsfreie Charakterisierung von Probenoberflächen auf molekularer bzw. atomarer Skala. Neben der Topographie einer zu untersuchenden Oberfläche können auch noch eine Reihe weiterer Oberflächeneigenschaften, wie zum Beispiel die Reibung, die Adhäsion, die Nachgiebigkeit und andere elastische Eigenschaften bestimmt werden.

Zur Klasse der Rastersondenmikroskope gehören beispielsweise das Rastertunnelmikroskop (STM: Scanning Tunneling Microscope), Nahfeldmikroskope (SNOM: Scanning Near-Field Optical Microscope) und Kraft- oder Rasterkraftmikroskope (SFM: Scanning Force Microscope bzw. RKM: Rasterkraftmikroskop)

Bezüglich näherer Informationen zur Rastersondenmikroskopie sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichung von Binnig et al verwiesen, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit



aufgenommen wird: Binnig, G., Quate, C.F. und Gerber, C.: Atomic Force Microscope, Phys. Rev. Lett., 930 - 933, 56 (1986).

Die Bestimmung von adhäsiven Kräften erfolgt üblicherweise über eine Messung von Kraft-Distanzkurven mittels eines Rasterkraftmikroskops. Bei einer derartigen Messung wird die Rastersonde, d.h. die Meßspitze des Rasterkraftmikroskops, von einem größeren Abstand aus auf die zu untersuchende Probenoberfläche gefahren und anschließend wieder von ihr wegbewegt, wobei die abstandsabhängigen Kräfte über die Auslenkung eines Balkens oder Cantilevers erfaßt werden, an dem die Rastersonde angebracht ist. Nachteilig an dieser Vorgehensweise ist die recht geringe Meßgeschwindigkeit, die zudem mit einer außerordentlich speicherintensiven Bildaufnahme und einer recht zeitintensiven quantitativen Auswertung verbunden ist. Außerdem sind solche Messungen stark fehlerbehaftet. Da die Kraft-Distanzkurven zeilenweise aufgenommen werden, sind zudem Topographieinformationen nur recht aufwendig zugänglich.

Alternativ hierzu können adhäsive Kräfte auch durch eine Messung im sogenannten Pulsed Force Mode (PFM) bestimmt werden. Bei diesem Meßverfahren wird die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe in einer Art Kontaktmodus periodisch mit Frequenzen im Kiloherzbereich, vorzugsweise 0,1 - 3 kHz, abgetastet. Durch diese Vorgehensweise lassen sich neben der Topographie gleichzeitig auch noch bestimmte Probeneigenschaften ermitteln, wie z. B. die lokale elastische Steifigkeit und die Adhäsion. Die Adhäsionswerte werden on-line gemessen. Die Messung der Adhäsion mittels der Pulsed-Force-Mode-Technik besitzt jedoch den Nachteil, daß die Meßgeschwindigkeit an die vertikale Modulationsfrequenz angepaßt werden muß und insoweit einer Einschränkung unterliegt. Bei einer Modulationsfrequenz von 1 kHz und einer Bildauflösung von 256 Pixel ergibt sich beispielsweise eine minimale Meßgeschwindigkeit pro Zeile von 0.256 s,

um für jedes Bildpixel durch einen Kontakt zwischen der Rastersonde und der Probe einen neuen Meßwert zu bekommen.

Bezüglich näherer Informationen zum Pulsed-Force-Mode sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichungen verwiesen, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: S. Hild, A. Rosa, G. Volswinkler und O. Marti, "Pulsed Force Mode - a new method for the simultaneous imaging of mechanical and chemical surface properties", Bull. Mic. Soc. Can, 26, 24 (1998) und A. Rosa, E. Weilandt, O. Marti und S. Hild: „The simultaneous measurements of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy (pulsed-force mode operation)", Meas. Sci. Technol., 8, 1 (1997).

Neben der Messung von Adhäsionskräften können mit Hilfe der Kraftmikroskopie auch Reibungsmessungen durchgeführt werden. Die Reibungsmessungen erfolgen üblicherweise im Kontaktmodus (SFFM: Scanning Efriction Force Microscopy), wobei die laterale Tordierung des Federbalkens oder Cantilevers erfaßt und als Maß für die lokale Reibung verwendet wird. Diese konventionelle Art der Reibungsmessung leidet unter einer geringen Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse. Da in den erfaßten Reibungssignalen auch Topographieeffekte enthalten sind, erhält man zudem keine qualitativen on-line-Ergebnisse. Zum Ausmitteln der unerwünschten Topographieeffekte ist vor allem bei nichtlinearisierten Scanpiezoelementen eine zeitaufwendige Bildbearbeitung erforderlich, um Hin- und Rückscanbilder zur Deckung zu bringen. Die erhaltenen Ergebnisse können zudem nicht unmittelbar in die darauffolgenden Messungen einfließen. Ferner gibt es bisher keine einheitlichen Kalibrierungsstandards zur quantitativen Bestimmung der Reibungskontraste. Mit dem SFFM-Verfahren ist außerdem nur die Gleitreibung meßbar, so daß es keine Aussage über die Haftreibung ermöglicht. Zur exakten Bestimmung der Gleitreibung in Abhängigkeit von der

Normalkraft ist eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist auch eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Eine Mitschleppen von Probenverunreinigungen kann zu falschen Reibungskontrasten führen. Ferner sind auch klebrige Probensysteme nicht meßbar.

Weitere Informationen zur konventionellen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden Veröffentlichungen entnommen werden, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: Mate, C.M; McCelland, G.M; Erlandson R.; Chiang S.: Atomic-Scale Friction of a Tungsten tip on a Graphite surface, Phys. Rev. Lett., 59, (1987), 1942; Marti, O.; Colchero, J.; Mylnek, J.: Combined scanning force and friction microscopy of mica, Nanotechnology, 1, (1990), 141-144; Meyer, G.; Amer, N.M: Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope, Appl. Phys. Lett., (1990), 2098.

Bei einem relativ neuen Verfahren zur Bestimmung der Reibung mittels eines Rastersondenmikroskops wird die zu untersuchende Probe zusätzlich zu einer konventionellen Reibungsmessung im Kontaktmodus (SFFM) mittels eines Scherpiezoelements lateral im 10 kHz-Bereich periodisch senkrecht zur langsamen Scanrichtung moduliert, wobei die Tordierung des Federbalkens im Kontaktmodus mittels der Lock-In-Technik aufgenommen und aus den Meßergebnissen die Haft- und Gleitreibung bestimmt wird. Neben der Topographie können auch noch weitere mechanische Eigenschaften, wie das elastische Verhalten, die (Scher-)Steifigkeit und bestimmte Relaxationszeiten bestimmt werden. Zur exakten Bestimmung der Haft- und Gleitreibung in Abhängigkeit von der Normalkraft ist jedoch eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Ferner

kann ein Mitschleppen von Probenverunreinigungen zu falschen Reibungskonstanten führen. Außerdem sind auch hiermit klebrige Probensysteme nicht oder nur sehr schwer meßbar.

Nähere Informationen zu dieser dynamischen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden beiden Literaturstellen entnommen werden, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: Yamanaka, K. und Tomita, E.: Lateral force modulation atomic force microscope for selective imaging of friction forces, Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers & Short Notes), Band 34, Nr. 5B, Seiten 2879 - 2882, (Mai 1995); Yamanaka, K.; Takano, H.; Tomita, E. und Fujihira, M.: Lateral force modulation atomic force microscopy of Langmuir-Blodgett film in water, Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers, Short Notes & Review Papers), Band 35, Nr. 10, Seiten 5421-5425, (Oktober 1996)

Eine orts aufgelöste simultane Messung der Adhäsionskräfte und der Reibungskräfte und (weiterer mechanischer Probeneigenschaften) an der Oberfläche einer zu untersuchenden Probe ermöglicht jedoch keines der aus dem Stand der Technik bekannten Meßverfahren. Mit einer einzelnen herkömmlichen Rasterkraftmikroskopie-Messung kann entweder die Adhäsion oder die Reibung der zu untersuchenden Probe ermittelt werden. Die Bestimmung dieser beiden Größen durch eine einzige Messung mit einem Rasterkraftmikroskop ist bisher technisch noch nicht möglich.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht daher in der Schaffung eines verbesserten Rastersonden-Meßverfahrens, mit dem sich zumindest die Adhäsion und die Reibung gleichzeitig messen lassen. Die genannten Größen sollen hierbei nach Möglichkeit, sei es allein oder gemeinsam, auch noch mit anderen interessierenden Materialeigenschaften, wie z. B. bestimmte

elastische Konstanten, umfassend die Adhäsion und die Steifigkeit, und/oder der Topographie, gleichzeitig meßbar sein, wobei der Ausdruck Materialeigenschaften im Rahmen der vorliegenden Beschreibung auch optische Signale einer zu untersuchenden Probe, sowie magnetische oder elektrische Kräfte, Informationen über die Temperaturverteilung und gegebenenfalls auch weitere Meßgrößen umfassen kann. Die Aufgabe besteht zudem in der Schaffung eines geeigneten Rastersondenmikroskops zur Durchführung eines solchen Meßverfahrens.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren gelöst, bei dem die Rastersonde eines Rastersondenmikroskops und/oder die Probe mit der zu untersuchenden Probenoberfläche in vertikaler und/oder horizontaler Richtung so verfahren wird, daß die Rastersonde an einer zu untersuchenden vorbestimmten Stelle der Probenoberfläche auf bestimmte Art und Weise mit der Probenoberfläche wechselwirkt. Die Rastersonde wird hierbei vorzugsweise mit einer bestimmten Normalkraft mit der Probenoberfläche in Kontakt gebracht. Die Rastersonde und/oder die Probe werden einer vertikalen Schwingung unterworfen und es wird ein die vertikale und/oder laterale Deformation der Rastersonde charakterisierendes erstes Meßsignal aufgenommen. Zudem wird ein die Deformation der Rastersonde charakterisierendes zweites Meßsignal aufgenommen, wobei die Rastersonde und/oder die Probe einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen wird. Die beiden Meßsignale werden anschließend zur Bestimmung der gewünschten Probeneigenschaften ausgewertet. Das erste Meßsignal dient hierbei zur Bestimmung der Adhäsion, während aus dem zweiten Meßsignal auf die nachstehend noch beschriebene Art und Weise die Reibung ermittelt wird. Um eine vollständige Information über den zu untersuchenden Bereich der Probenoberfläche zu erhalten, wird die Rastersonde und/oder die Probe erneut verfahren, um die Rastersonde an der nächsten zu untersuchenden Stelle auf die oben beschriebene Art und Weise

mit der Probenoberfläche in Kontakt zu bringen, an der der zuvor beschriebene Meßvorgang wiederholt wird. Auf diese Art und Weise wird der gesamte zu untersuchende Oberflächenbereich zeilenweise abgetastet, so wie dies bei Fachleuten auf diesem Gebiet bekannt ist.

Hierdurch erhält man nicht nur ein topographisches Abbild der Probe, sondern es ist erstmals auch möglich, mit ein und derselben Messung lokal die Reibung, die Adhäsion und bestimmte elastische Eigenschaften einer Probe auf molekularer Ebene bis hinunter auf die atomare Ebene zu bestimmen. Die Reibung kann hierbei in Abhängigkeit von verschiedenen Normalkräften gleichzeitig bestimmt werden, so daß Meßreihen mit variierenden Normalkräften auf eine einzige Messung reduziert werden. Dies ist nicht nur mit einer deutlich geringeren Probenbelastung durch das Abrastern verbunden, sondern ermöglicht auf Grund der zeitlich gleichen Umgebungsbedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, usw., Probenaltern) auch eine bessere Vergleichbarkeit der ermittelten Reibungswerte. Durch ein Variieren der Normalkraft ist die Kontrolle bzw. Bestimmung der kritischen Normalkraft, ab der die Probe bei der Reibungsmessung verändert oder zerstört wird, möglich. Zudem ist auch die eventuell unterschiedliche Abhängigkeit der Reibung von der Adhäsion beim Annähern oder Wegziehen des Federbalkens oder Cantilevers experimentell zugänglich. Durch das erfindungsgemäße Verfahren können auch Probensysteme, wie z.B. stark adhäsive oder klebrige Polymersysteme, die im Kontaktmodus nicht abgerastet werden können und somit einer herkömmlichen normalen oder dynamischen Reibungsmessung nicht oder nur schwer zugänglich sind, durch die sensible Abtastung des Pulsed-Force-Mode auf Reibung untersucht werden. Durch die punktuelle Abrasterung wird zudem auch das Mitschleifen von Schmutz weitgehend vermieden, so daß falsche Reibungskontraste durch eine Wechselwirkung zwischen der Rastersonde und dem Schmutz minimiert werden.

Bei dem erfindungsgemäßen Meßverfahren wird die Rastersonde und/oder die Probe vorzugsweise zumindest einer periodischen Schwingung unterworfen, wobei die Schwingungs- oder Modulationsrichtung insbesondere senkrecht oder parallel zur Abtast- oder Scanrichtung gewählt wird. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß auch beliebige Schwingungsrichtungen denkbar sind. Zur Bestimmung der dynamischen Reibung wird hierbei üblicherweise lateral parallel zur schnellen Scanrichtung moduliert, was zu einer Verbiegung und Torsion des Cantilevers führt. Die Modulation kann jedoch auch parallel zur langsamen Scanrichtung erfolgen, was eine Biegeschwingung des Cantilevers bewirkt. Zudem kann analog zur Bestimmung der dynamischen Reibung auch eine vertikale Probenmodulation, d.h. parallel zur Pulsed-Force-Mode-Modulation, durchgeführt werden, wobei beispielsweise über einen Lock-In-Verstärker die vertikale Deformation der Rastersonde ausgewertet wird (Amplitude und Phasenverschiebung). Hierdurch sind Aussagen über das mechanische Verhalten der Probe, insbesondere über deren Elastizität und Steifigkeit möglich.

Die Rastersonde und/oder der Probe wird in vertikaler Richtung vorteilhafterweise mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz und einer Amplitude von zumindest 1 nm angeregt, wobei der bevorzugte Frequenz- und Amplitudenbereich 500 Hz - 2 kHz bzw. 10 - 500 nm beträgt.

Der vertikalen Schwingung der Probe und/oder der Sonde wird vorzugsweise zumindest eine zweite Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 1 kHz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch mit einer Frequenz von 5 kHz - 1 MHz und einer Amplitude von 1 - 10 nm überlagert.

Es wird vorteilhafterweise eine horizontale Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 500 Hz, insbesondere jedoch 10 - 100 kHz, und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch 1 - 30 nm, verwendet.

Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird das zweite Meßsignal auf die nachstehend noch ausführlich beschriebene Art und Weise mittels eines Lock-In-Verstärkers ausgewertet, von dem über eine Fourier-Transformation des Meßsignals die Reibungsamplitude und die Phase bestimmt wird. Als Rastersonde wird insbesondere die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops mit dem auch optische Signale einer zu untersuchenden Probe erfaßt werden können verwendet, wobei die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen Nahfeldmikroskops auch in einer gemeinsamen Rastersonde integriert sein können.

Ein zur Durchführung dieses erfindungsgemäßen Verfahrens geeignetes Rastersondenmikroskop mit den im Oberbegriff des Anspruchs 1 angegebenen Merkmalen umfaßt erfindungsgemäß zusätzlich noch eine Einrichtung zum vertikalen und/oder horizontalen Verfahren der Probe, eine Einrichtung zur Erfassung der Probenbewegung und eine Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde. Die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe sind hierbei so gestaltet, daß die Rastersonde und die Probenoberfläche durch sie so in Kontakt bringbar sind oder in Kontakt gebracht werden, daß sie auf bestimmte Art und Weise miteinander wechselwirken, was insbesondere einen Kontakt mit einer bestimmten Normalkraft umfaßt.

In einer bevorzugten Ausführungsform umfassen die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe zumindest ein Piezoelement, wobei vorzugsweise für jede dieser Einrichtungen zumindest ein Piezoelement vorgesehen ist.



Die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe, insbesondere die genannten Piezoelemente, werden vorzugsweise periodisch angeregt bzw. moduliert, wobei die Art der Anregung oder Modulation bereits der obigen Beschreibung des erfindungsgemäßen Verfahrens zu entnehmen ist.

Die Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde kann in einer bevorzugten konstruktiven Ausgestaltung einen beispielsweise durch eine entsprechende Beschichtung auf die Rastersonde angebrachten Spiegel umfassen, der zur Ablenkung eines einfallenden Laserstrahls bestimmt ist, wobei die sich ergebende Ablenkung als Maß für die vorhandene Deformation der Rastersonde dient. Entsprechende Informationen können jedoch beispielsweise auch kapazitiv, interferometrisch oder piezoelektrisch gewonnen werden.

Das erfindungsgemäße Rastersondenmikroskop umfaßt vorzugsweise eine Auswerteeinrichtung zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit, durch Auswertung der erfaßten Deformation der Rastersonde. Diese Auswerteeinrichtung kann insbesondere einen Lock-In-Verstärker und einen Mikrocomputer zur Auswertung der Lock-In-Signale umfassen.

Die Rastersonde des erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops ist vorzugsweise die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops, wobei die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen Nahfeldmikroskops auch in einer gemeinsamen Rastersonde integriert sein können.

Weitere Merkmale und Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens und des erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops zur Durchführung dieses Verfahrens ergeben sich nicht nur aus den zugehörigen Ansprüchen - für sich und/oder in Kombination - sondern auch aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele in Verbindung mit den zugehörigen Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigen:

- Fig. 1        den prinzipiellen Aufbau eines erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops;
- Fig. 2        das für die Ableitung der Kräfte zugrundegelegte Koordinatensystem;
- Fig. 3A       die Balkenverbiegung bei vertikaler Annäherung an eine zu untersuchende Probenoberfläche;
- Fig. 3B       die Balkenverbiegung bei Verfahren der zu untersuchenden Probenoberfläche relativ zu Kraftfeldspitze;
- Fig. 4A       das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische  
- 4H        Reibung;
- Fig. 5        in schematischer Darstellung die zeitliche Abhängigkeit eines Meßsignals  $f(t)$  zur Veranschaulichung einer dynamischen Reibungsmessung;
- Fig. 6        ein Ablaufdiagramm für eine erfindungsgemäße Messung für die Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung gemäß Fig. 4;

- Fig. 7A      das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/Force  
 - 7H      Modulation;
- Fig. 8      ein Ablaufdiagramm für eine erfindungsgemäße Messung für die  
 Kombination Pulsed-Force-Mode/Force Modulation gemäß Fig.  
 7;
- Fig. 9A      theoretisch berechnete Reibungsamplituden- und  
 - 9B      Phasenabhängigkeiten des Cantilevers von den  
 Modulationsamplituden  $A_M$  eines Anregungsscherpiezoelements;
- Fig. 10      Meßsignale des neuartigen Rastersondenmikroskops aufgrund  
 einer lateralen und vertikalen Verbiegung des Cantilevers  
 (Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung);
- Fig. 11      Meßsignale des neuartigen Rastersondenmikroskops aufgrund  
 einer vertikalen Verbiegung des Cantilevers (Kombination Pulsed  
 Force Mode/Force Modulation);
- Fig. 12A      eine Abbildung der Topographie, der Adhäsion und der Reibung  
 - 12D      auf einer Probenoberfläche, untersucht mit einem  
 erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskop für eine  
 Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung; und
- Fig. 13A      eine Abbildung der Topographie, der Adhäsion, der Reibung auf  
 - 13D      einer Probenoberfläche, untersucht mit einem  
 erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskop für eine  
 Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation.

Das in Fig. 1 dargestellte Rastersondenmikroskop umfaßt eine Rastersonde 1 mit einem Balken oder Cantilever 3 und einer Meßspitze 5. Die Meßspitze 5 kann beispielsweise aus Silizium oder Siliziumnitrid, beispielsweise  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , hergestellt sein. Die vertikale Verschiebung der Rastersonde 1 wird mit Hilfe eines Piezoelements 7 vorgenommen. Die Messung der Deformation des Balkens 3, die beim vertikalen Verfahren ein Maß für die Adhäsionskräfte ist, wird mittels eines nicht näher dargestellten Laseraufbaus ermittelt. Hierfür wird das Licht 9 einer nicht dargestellten Laserlichtquelle auf den Balken 3 projiziert, von dem es so reflektiert wird, daß der reflektierte Strahl 11 auf eine Meßeinrichtung 13 trifft, die beispielsweise die lichtempfindliche Schicht einer segmentierten Photodiode umfassen kann.

Je nach Stellung des Balkens 3 wird der Lichtstrahl 11 aus der eingezeichneten Null-Position nach oben oder unten bzw. links oder rechts abgelenkt und durch die lichtempfindliche Schicht der Meßeinrichtung 13 in ein elektrisches Signal umgewandelt. Das sich bei einer in horizontalen Richtung erfolgenden Relativbewegung zwischen dem Balken 3 bzw. der Meßspitze 5 und der Probenoberfläche 30 ergebende elektrische Meßsignal, das gemäß Fig. 3B durch eine im wesentlichen seitlich erfolgende Ablenkung des reflektierten Lichtstrahls 11 erzeugt und nachstehend als zweites Meßsignal bezeichnet wird, wird über eine Leitung 15 an einen Lock-In-Verstärker 17 übermittelt, in dem eine Fourier-Transformation durchgeführt und der Realteil und der Imaginärteil des Signals bestimmt wird, aus denen auf die nachstehend noch beschriebene Art und Weise die gewünschte Reibung ermittelt werden kann. Das sich bei einer vertikalen Relativbewegung zwischen der Meßspitze 5 und der Probenoberfläche 30 ergebende elektrische Meßsignal (das sogenannte erste Meßsignal, bei dem der reflektierte Lichtstrahl gemäß Fig. 3A im wesentlichen noch oben oder unten abgelenkt wird), wird zur Bestimmung der Adhäsion über eine nicht dargestellte Leitung

direkt an eine ebenfalls nicht dargestellte Auswerteeinrichtung 112 (siehe Fig. 6) übermittelt.

Es sei bemerkt, daß die Erfassung der Deformation des Balkens 3 durch ein Lichtzeigeprinzip der dargestellten Art nur eine mögliche Detektionsart ist, und daß für Fachleute auf diesem Gebiet prinzipiell auch andere Detektionsmöglichkeiten, wie z.B. kapazitive, interferometrische oder piezoelektrische Detektionsmöglichkeiten, denkbar sind.

Neben der vertikalen Verfahrbarkeit ist am Probenstisch 23, der die Probe 25 trägt, erfindungsgemäß ein (nicht dargestelltes) Piezoelement angeordnet, mit dem der Probenstisch 23 und damit auch die Probe 25, wie oben bereits erwähnt wurde, zur Ermittlung der statischen und dynamischen Reibung auch lateral verfahren oder angeregt werden kann. Der Meßbalken 3 der Kraftspitze 5 wird bei einer derartigen Messung, wie gestrichen dargestellt, tordiert und/oder verbogen, wobei die auftretende Torsion und/oder Verbiegung ein Maß für die vorhandenen Reibungskräfte ist.

In Fig. 2 ist nochmals das Koordinatensystem verdeutlicht. Dargestellt ist die Meßspitze 5, die bezüglich der Oberfläche 30 verfahren wird. Ein An- und Abheben der Meßspitze 5 und/oder der Probe 25 in Z-Richtung, wie mit dem Pfeil 32 angedeutet, ermöglicht die Adhäsionsmessung an der Stelle 34, ein Verfahren oder Anregen in der Ebene der Probenoberfläche 30 entlang des Pfeils 36 die Messung der statischen und dynamischen Reibung an der eingezeichneten Stelle 34.

In den Figuren 3A und 3B sind die sich ergebenden Meßsignale noch einmal näher dargestellt. Beim vertikalen Verfahren in Z-Richtung zur Messung der Adhäsion wird der Balken 3 gemäß Fig. 3A in Z-Richtung verbogen. Der von einem Laser 36 kommende Lichtstrahl wird von dem Balken 3 reflektiert und

auf der Meßeinrichtung oder Meßsonde 13 im wesentlichen nach oben oder unten abgelenkt, wobei die sich ergebende Ablenkung ein Maß für die Adhäsionskraft ist. In Fig. 3B ist das Meßsignal für eine Reibungsmessung dargestellt, bei der die Rastersonde 1 und die Probe 25 bei einer vertikalen Relativbewegung unterworfen werden. Wiederum wird der Lichtstrahl 9 des Lasers 38 auf den Balken 3 gelenkt und von diesem auf der Meßfläche 13 im wesentlichen nach links oder rechts abgelenkt. Da der Balken 3 durch die Reibung der Meßspitze auf der Oberfläche 30 tordiert und/oder verbogen wird, ist die sich ergebende Ablenkung ein Maß für die Reibungskraft.

Die Figuren 4A - 4H zeigen anhand einer Darstellung der verschiedenen Balken- oder Cantileverdeformationen während einer Periode zur Erfassung der lokalen Materialeigenschaften an einer bestimmten Probenstelle das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/dynamische Reibung, wobei zur besseren Übersichtlichkeit nur in Fig. 4A Bezugszeichen angegeben sind. Die in den einzelnen Figuren dargestellten Diagramme zeigen hierbei die zeitliche Abhängigkeit der erfaßten Meßsignale, wobei die Kurven 1 und 2 dem Realteil  $x$  bzw. dem Imaginärteil  $y$  des oben bereits erwähnten zweiten Meßsignals auf Grund der lateralen Cantileverdeformation entsprechen, während die Kurve 3 ein typisches Pulsed-Force-Mode-Kraftsignal (erstes Meßsignal) zeigt.

In Fig. 4A ist die Rastersonde 1 noch so weit von der zu untersuchenden Probe 25 entfernt, daß noch keine Wechselwirkung zwischen der Rastersonde 1 und der Probe 25 vorhanden ist. Die erfaßten Meßsignale sind zu diesem Zeitpunkt daher gleich Null.

Bei der in Fig. 4B dargestellten weiteren Annäherung der Rastersonde 1 an die Probe 25 gerät die Rastersonde 1 bzw. die Meßspitze 5 auf Grund der negativen (attraktiven) Kraft zwischen der Rastersonde 1 und der Probe 25 in

Kontakt mit der Probenoberfläche 30. Dies führt zu einem Anschnappeak in dem in Kurve 3 dargestellten Pulsed-Force-Meßsignal (erstes Meßsignal).

Die Rastersonde 1 wird weiter auf die Probe 25 gedrückt, was gemäß Fig. 4C zu einem Anstieg des ersten Meßsignals (Kurve 3) führt. Gleichzeitig wird die Rastersonde 1 auf Grund der horizontalen Modulation horizontal deformiert. Dies führt zur Detektion eines zweiten Meßsignals, das in Realteil und Imaginärteil aufgegliedert dargestellt ist (Kurve 1 bzw. 2).

Die Fig. 4D veranschaulicht, wie die Rastersonde 1 auf die Probe 25 gedrückt wird, bis eine bestimmte Normalkraft, auf die geregelt wird, erreicht ist. Die positive repulsive Kraft erreicht einen maximalen Wert, so daß sowohl das erste Meßsignal (Kurve 3) als auch das zweite Meßsignal (Kurven 1 und 2) einen maximalen Wert annehmen.

In Fig. 4E wird die Rastersonde 1 wieder von der Probe 25 zurückgezogen, so daß die detektierten Meßsignale kleiner werden.

Bei einem weiteren Zurückziehen der Rastersonde 1 von der Probenoberfläche 30 werden die Meß- bzw. Kraftsignale noch kleiner (siehe Fig. 4F) und man gerät wieder in den attraktiven Bereich auf Grund der adhäsiven Wechselwirkung zwischen der Meßspitze 5 und der Probe 25.

Figur 4G veranschaulicht, wie die Meßspitze 5 noch an der Probe 25 kleben bleibt und wie die zur Trennung der Meßspitze 5 von der Probe 25 benötigte negative Kraft, die hier als Adhäsionskraft bezeichnet wird, maximal wird.

Bei einem weiteren Wegziehen der Meßspitze 5 von der Probenoberfläche 30 gerät die Meßspitze 5 schließlich außer Kontakt mit der Probenoberfläche 30

und schwingt aus, was sich durch ein Ausschwingen im Pulsed-Force-Mode-Meßsignal 3 bemerkbar macht (siehe Fig. 4H). Eine neue Periode beginnt.

Fig. 5 veranschaulicht das Prinzip einer dynamischen Reibungsmessung. In jeder Modulationsperiode wird eine komplette Reibungsschleife ausgeführt. Bei einer gewissen Auslenkung kann die Meßspitze 5 des Kraftmikroskops der Anregungsmodulation folgen, man befindet sich im Haftreibungsbereich. Bei einer weiteren Erhöhung der Modulationsamplitude kann die Meßspitze 5 des Kraftmikroskops der Auslenkung nicht mehr folgen und es setzt Gleitreibung ein, die detektierte Amplitude wird kleiner.

Die Figur 6 zeigt ein Verfahrensdigramm für die in Fig. 4 bereits dargestellte Kombination aus Pulsed-Force-Mode und dynamische Reibung, die eine gleichzeitige Messung der Adhäsion und Reibung bzw. Elastizität ermöglicht. Zunächst wird die Rastersonde 1 mit Hilfe einer Steuerungseinrichtung 100 an eine vorbestimmte Probenstelle X, Y verfahren. Sodann wird mit Hilfe eines Funktionsgenerators 102 eine periodische Modulationsspannung generiert, die eine periodische vertikale Bewegung der Rastersonde 1 mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz, insbesondere jedoch 500 Hz - 2 kHz, und einer Amplitude von zumindest 1 nm, insbesondere jedoch 10 - 500 nm, zur Folge hat. Zusätzlich zur vertikal-periodischen Bewegung wird mit Hilfe eines Funktionsgenerators 104 die Probe 25 periodisch lateral verfahren, wobei die Frequenz zumindest 500 Hz, insbesondere 10 - 100 kHz, und die Amplitude zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch 1 - 30 nm beträgt. Hierfür wird ein Modulationspiezoelement 106 verwendet. Die oben bereits dargestellte Detektoreinrichtung 108, die sowohl die vertikale Deformation wie die Tordierung und/oder Verbiegung der Rastersonde 1 erfaßt, liefert über eine Leitung 109 an einen Lock-In-Verstärker 110 das oben beschriebene zweite Meßsignal, das einer Fourier-Transformation unterworfen und in Realteil x und Imaginärteil y der Deformation der Rastersonde aufgespalten wird.



Bei einer ebenfalls möglichen Kombination Pulsed-Force-Mode/Force-Modulation, für die in Fig. 8 ein entsprechendes Ablaufdiagramm dargestellt ist, wird die Rastersonde 1 zunächst ebenfalls mit Hilfe der Steuerungseinrichtung 100 an eine vorbestimmte Probenstelle x, y verfahren. Sodann wird mit Hilfe des Funktionsgenerators 102 wiederum eine periodische Modulationsspannung generiert, die eine periodisch vertikale Bewegung der Rastersonde 1 mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz, insbesondere jedoch 500 Hz - 2 kHz, und einer Amplitude von zumindest 1 nm, insbesondere jedoch 10 - 500 nm, zur Folge hat. Diese Schwingung wird mit einer zweiten Frequenz von zumindest 1 kHz, insbesondere 5 kHz - 1 MHz und einer zweiten Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere 1 - 10 nm moduliert. Die oben bereits erwähnte Detektoreinrichtung 108, die die vertikale Deformation der Rastersonde 1 erfaßt, liefert über die Leitung 109 im Unterschied zur obigen Verfahrensvariante das die vertikale Deformation der Rastersonde 1 charakterisierende zweite Meßsignal zur Bestimmung des Real- und Imaginärteils des Meßsignals mittels einer Fourier-Transformation.

Eine zu Fig. 4 analoge Darstellung des Prinzips einer solchen Messung ist Fig. 7 zu entnehmen, wobei jedoch im Unterschied zu Fig. 4 die Probe 25 nicht lateral sondern vertikal moduliert wird. Es sei darauf hingewiesen, daß die erwähnten Verfahrensvarianten, d.h. die Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung und Pulsed Force Mode/Force Modulation, auch miteinander kombinierbar sind.

Bei der oben beschriebenen Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung wird aus dem Real- und Imaginärteil x bzw. y des erfaßten lateralen Kraftsignals wird mittels einer Bildbearbeitungseinrichtung 118 die Reibungsamplitude  $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$  und die Phasenverschiebung  $\phi = \arctan (x/y)$

des Cantilevers 3 bezüglich der Modulationsamplitude des Scherpiezoelementes berechnet.

Entsprechende Abhängigkeiten sind in den Figuren 9A und 9B dargestellt. Fig. 9A zeigt anhand der Abhängigkeit der detektierten Amplitude von der Modulationsamplitude  $A_M$  ein sich ergebendes Amplituden - Amplituden - Spektrum (AAS), während die Fig. 9B ein sich ergebendes Amplituden - Phasen - Spektrum (APS) mit der Abhängigkeit der detektierten Phase von der Modulationsamplitude  $A_M$  zeigt. Für sehr hohe Modulations- oder Anregungsamplituden  $A_M$  gilt

$$\lim_{A_M \rightarrow \infty} r = 4 \cdot F_G / \pi.$$

Im Phasenspektrum APS ist im Gleitreibungsbereich je nach q-Faktor ( $q = F_G / F_H$ ) eine deutliche Phasenverschiebung zu erwarten, wobei  $F_G$  die Gleitreibung und  $F_H$  die Haftreibung ist.

Die Reibungskoeffizienten  $\mu$  werden über  $\mu = F_G / F_N$  ermittelt, wobei man die Normalkraft  $F_N$  aus dem kalibrierten Pulsed-Force-Mode-Meßsignal erhält, auf das geregelt wird. Analoges gilt für das APS.

Führt man dynamische Reibungsmessungen mit konstanten Modulationsamplituden  $A_M$  durch, so können den qualitativen Reibungs- und Phasenkontrasten mittels AAS bzw. APS quantitative Reibungswerte und Phasenverschiebungen zugeordnet werden.

Die aufgenommenen ersten Meßsignale werden über eine Leitung 111 direkt an die Auswerteeinrichtung 112 übermittelt.

Aus den aufgenommenen Kraftsignalen werden durch die Auswerteinrichtung 112 mittels eines Mikrocomputers mit einem geeigneten Rechnerprogramm auch die Adhäsion 114 und die Elastizität 116 bestimmt.

Wurde dies für eine bestimmte XY-Stelle der Probe durchgeführt, so wird mit Hilfe der Steuerungseinrichtung 100 die Rastersonde 1 an eine andere Stelle X, Y der Probenoberfläche 30 verfahren. An dieser Stelle wird die zuvor beschriebene Messung wiederholt. Wie oben bereits beschrieben wurde, wird auf diese Art und Weise die komplette Probe 25 abgerastert, wobei man neben der Topographie ein vollständiges Bild der Adhäsion, der Reibung und der Elastizität auf der Probenoberfläche 30 erhält.

Die vertikale und/oder horizontale Modulation kann nicht nur durch ein unter der Probe 25 angebrachtes Scherpiezoelement, sondern beispielsweise auch durch ein Scanpiezoelement erzeugt werden.

In Fig. 10 sind die an einer vorbestimmten Probenstelle detektierten Meßsignale auf Grund der lateralen und vertikalen Verbiegung und/oder Tordierung des Balkens oder Cantilevers 3 dargestellt, die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren durch eine Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung erhalten wurden. Nach einer elektronischen Bearbeitung und der Auslesung bestimmter charakteristischer Meßwerte lassen sich aus diesen Meßsignalen auf die beschriebene Art und Weise die gewünschten probenspezifischen Eigenschaften bestimmen. Die Kurve 200 zeigt den von dem Lock-In-Verstärker 110 ausgegebenen Realteil  $x$  eines aufgenommenen zweiten Meßsignals auf Grund der lateralen Deformation des Cantilevers, während die Kurve 202 den Imaginärteil dieses Meßsignals darstellt. Die Kurve 204 zeigt das detektierte Pulsed-Force-Meßsignal (das Meßsignal 1) auf Grund der vertikalen Verbiegung des Cantilevers 3.

Fig. 11 zeigt eine entsprechende Darstellung für eine Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation.

In Fig. 12 sind mit dem erfindungsgemäßen Verfahren aufgenommene Bilder einer Probenoberfläche 30 dargestellt, wobei die horizontale Anregungsfrequenz der Probe 93 kHz und die vertikale Anregungsfrequenz der Sonde 1 kHz beträgt. Fig. 12A zeigt die Probentopographie, die aus einer Kraftregelung erhalten wird, Fig. 12B die Adhäsion auf der Probenoberfläche 30 und Fig. 12C die Reibungsamplitude auf der Probenoberfläche 30. In Fig. 12D schließlich ist die Phase des Meßsignales dargestellt.

Fig. 13 zeigt eine entsprechende Darstellung für eine Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation, wobei die vertikale Anregungsfrequenz der Probe 230 kHz und die vertikale Anregungsfrequenz der Sonde 1 kHz beträgt.

Mit der vorliegenden Erfindung wird erstmals ein Meßverfahren zur gleichzeitigen Bestimmung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften, insbesondere die Elastizität und Steifigkeit, und eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens vorgestellt, mit deren Hilfe die Abbildung gesamter Probenoberflächen im atomaren Maßstab möglich ist.

Eine Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung ermöglicht hierbei insbesondere eine gleichzeitige Messung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften, während durch eine Kombination Pulsed-Force-Mode/Force-Modulation neben der Adhäsion gleichzeitig auch noch elastische Materialeigenschaften und gegebenenfalls auch noch andere Materialeigenschaften bestimmbar sind. Eine Kombination dieser beiden Verfahrensvarianten ermöglicht sogar die gleichzeitige Messung aller genannten Materialeigenschaften.

## Patentansprüche

1. Rastersondenmikroskop zur Untersuchung von Probenoberflächen mit:
  - einer Rastersonde (1);
  - einer Halteeinrichtung (23) für eine Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30);
  - einer Einrichtung zum Verfahren der Rastersonde (1) bezüglich der Probenoberfläche (30); und
  - einer Einrichtung zur Erfassung der Bewegung der Rastersonde (1);

dadurch gekennzeichnet,

daß das Rastersondenmikroskop des weiteren eine Einrichtung zum Verfahren der Probe (25), eine Einrichtung zur Erfassung der Probenbewegung und eine Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde (1) umfaßt, wobei die Rastersonde (1) und die Probenoberfläche (30) durch die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) so in Kontakt bringbar sind oder in Kontakt gebracht werden, daß sie auf bestimmte Art und Weise miteinander wechselwirken.

2. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zumindest ein erstes Piezoelement umfassen.

3. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 2,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß jede der genannten Einrichtungen zumindest ein Piezoelement umfaßt.

4. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) periodisch angeregt bzw. moduliert werden.
5. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Anregung parallel oder senkrecht zur Abtast- oder Scanrichtung erfolgt.
6. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vertikalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit einer ersten Frequenz von zumindest 10 Hz und einer ersten Amplitude von zumindest 1 nm angeregt wird.
7. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz 500 Hz - 2 kHz und die Amplitude 10 - 500 nm beträgt.
8. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Vertikalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zusätzlich zumindest mit einer zweiten Frequenz von zumindest 1 kHz und einer zweiten Amplitude von zumindest 0,1 nm angeregt oder moduliert wird.
9. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet,

daß die Frequenz 5 kHz - 1 Mhz und die Amplitude 1 - 10 nm beträgt.

10. Rastersondenmikroskop nach einem der Ansprüche 4 bis 9,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß eine Horizontalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe  
(25) mit einer Frequenz von zumindest 500 Hz und einer Amplitude von  
zumindest 0,1 nm angeregt wird.
11. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 10,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 10 - 100 kHz und die Amplitude 1 - 30 nm beträgt.
12. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
gekennzeichnet durch eine Auswerteeinrichtung (17) zur gleichzeitigen  
Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die  
Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die  
Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit, durch  
Auswertung der erfaßten Deformation der Rastersonde (1).
13. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 12,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Auswerteeinrichtung einen Lock-In-Verstärker (17) und/oder  
einen Mikrocomputer (112) umfaßt.
14. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Rastersonde (1) eine Spitze (5) eines Kraftmikroskops und/oder  
eines optischen Nahfeldmikroskops ist.

15. Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit einer zu untersuchenden Probenoberfläche (25), mittels eines eine Rastersonde (1) umfassenden Rastersondenmikroskops mit folgenden Verfahrensschritten:
  - 15.1 Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30) bis die Rastersonde (1) an einer zu untersuchenden vorbestimmten Stelle (34) der Probenoberfläche (30) auf bestimmte Art und Weise mit der Probenoberfläche (30) wechselwirkt, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer vertikalen Schwingung unterworfen wird;
  - 15.2 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden ersten Meßsignals;
  - 15.3 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden zweiten Meßsignals, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen wird;
  - 15.4 Bestimmung der gewünschten Materialeigenschaften aus den beiden Meßsignalen; und
  - 15.5 Abtasten des zu untersuchenden Bereichs der Probenoberfläche (30) durch Rückkehr zu dem Verfahrensschritt 15.1.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer periodischen Schwingung unterworfen wird.



17. Verfahren nach Anspruch 16,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Schwingungsrichtung senkrecht oder parallel zur Abtast- oder Scanrichtung gewählt wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 17,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die vertikale Schwingung oder die vertikalen Schwingungen eine Frequenz von zumindest 10 Hz und eine Amplitude von zumindest 1 nm besitzen.
19. Verfahren nach Anspruch 18,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 500 Hz - 2 kHz und die Amplitude 10 - 500 nm beträgt.
20. Verfahren nach Anspruch 18 oder 19,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß der oder den vertikalen Schwingungen zumindest eine zweite Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 1 kHz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm überlagert wird.
21. Verfahren nach Anspruch 20,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 5 kHz - 1 MHz und die Amplitude 1 - 10 nm beträgt.
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 21,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die horizontale Schwingung eine Frequenz von zumindest 500 Hz und eine Amplitude von zumindest 0,1 nm besitzt.

23. Verfahren nach Anspruch 22,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 10 - 100 kHz und die Amplitude 1 - 30 nm beträgt.
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 23,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Rastersonde (1) mit einer bestimmten Normalkraft mit der  
Probenoberfläche (30) in Kontakt gebracht wird.
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 24,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß zur Auswertung der Meßsignale ein Lock-In-Verstärker (17, 110)  
und/oder ein Mikrocomputer (112) verwendet wird.
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 25,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß als Rastersonde (1) die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder  
eines optischen Nahfeldmikroskops verwendet wird.
27. Verfahren nach Anspruch 26,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen  
Nahfeldmikroskops in einer gemeinsamen Rastersonde (1) integriert  
sind.
28. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 27,  
dadurch gekennzeichnet,

daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) gleichzeitig zumindest einer vertikalen und zumindest einer horizontalen Schwingung unterworfen werden.

## Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur orts aufgelösten simultanen Erfassung der Adhäsion und Reibung sowie gegebenenfalls auch weiterer Materialeigenschaften einer zu untersuchenden Probenoberfläche (30) mittels eines Rastersonde (1) umfassenden Rastersondenmikroskops beschrieben. Die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30) werden hierbei so verfahren, bis die Rastersonde (1) an einer zu untersuchenden Stelle (34) der Probenoberfläche (30) auf bestimmte Art und Weise mit dieser wechselwirkt. Die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) werden hierbei einer vertikalen Schwingung unterworfen und es wird ein die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierendes erstes Meßsignal aufgenommen. Zudem wird ein die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierendes zweites Meßsignal aufgenommen, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen werden. Aus diesen beiden Meßsignalen werden nun mittels einer geeigneten Auswerteeinrichtung die gewünschten Materialeigenschaften bestimmt. Zur Erfassung des gesamten zu untersuchenden Oberflächenbereiches wird die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) erneut verfahren und zur Wiederholung des beschriebenen Meßvorgangs an der nächsten zu untersuchenden Stelle auf die oben beschriebene Art und Weise mit der Probenoberfläche (30) in Kontakt gebracht. Es wird auch ein geeignetes Rastersondenmikroskop zur Durchführung dieses Verfahrens beschrieben.

(Fig. 1)

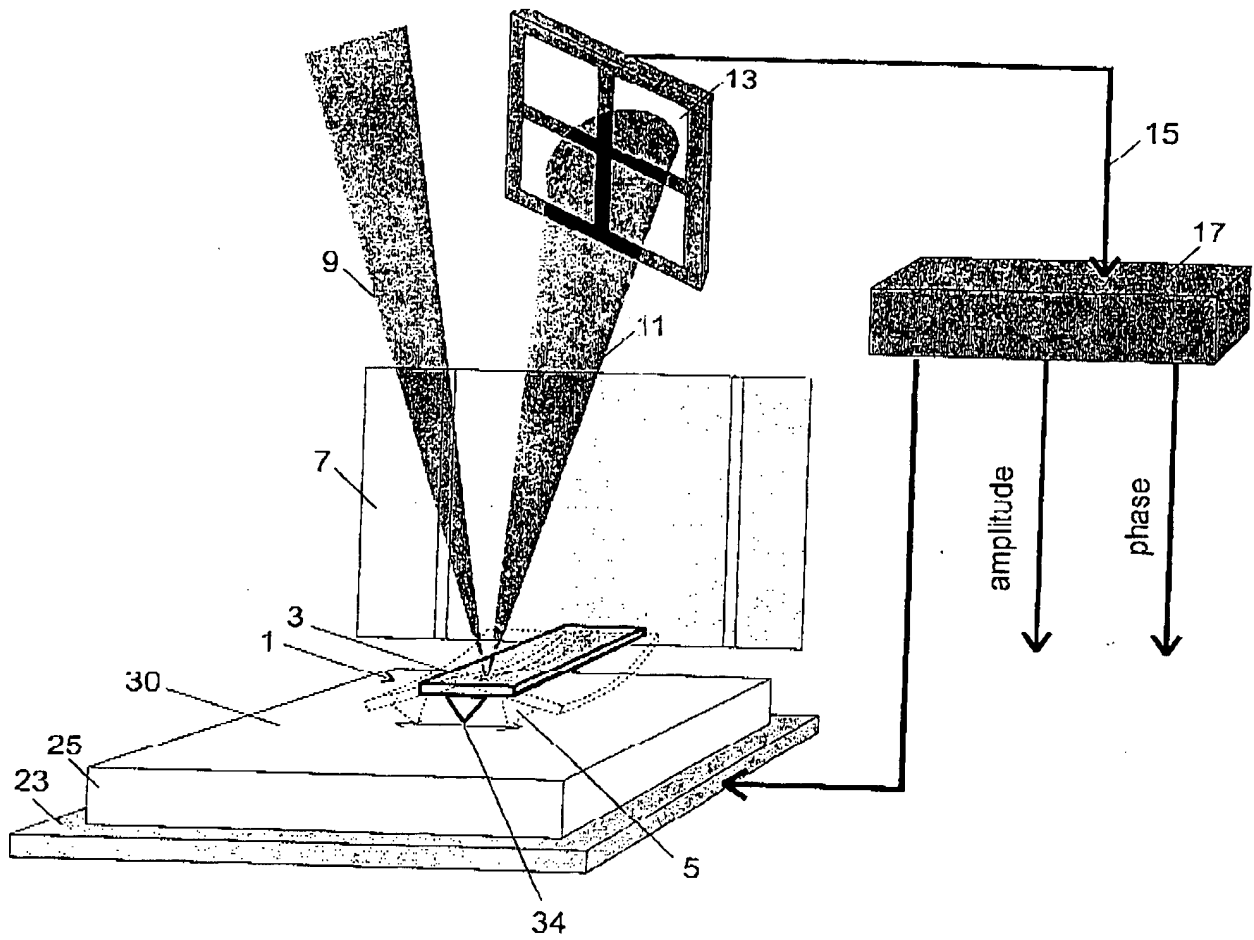


Fig. 1

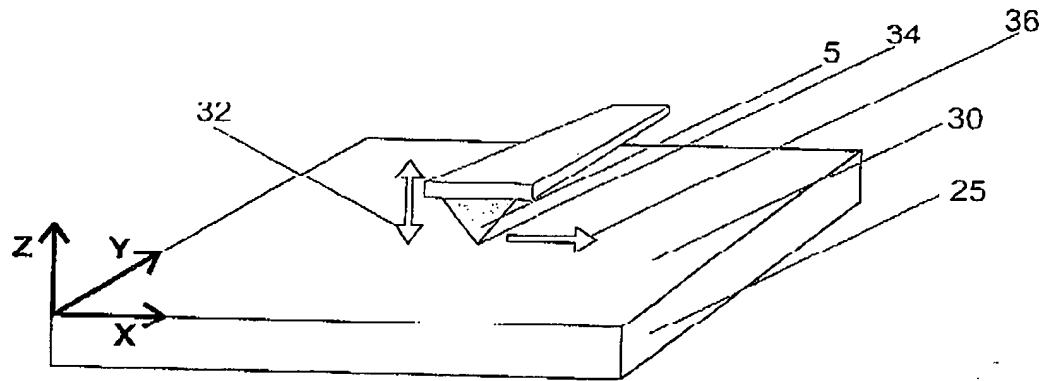


Fig. 2

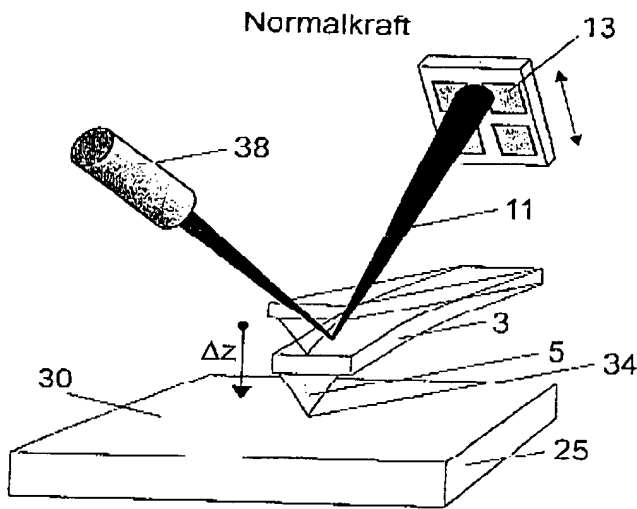


Fig. 3A

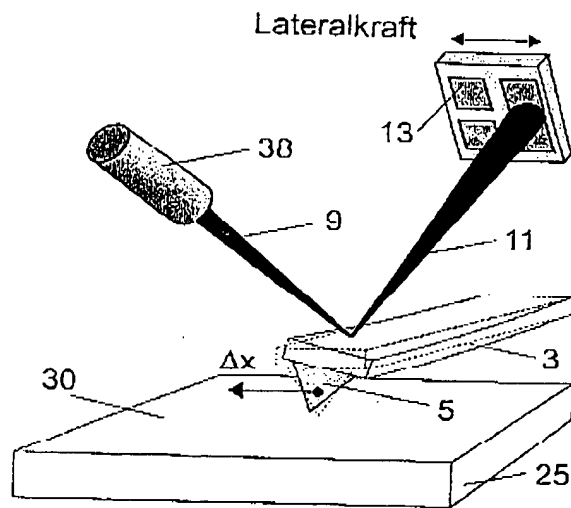


Fig. 3B

3/12

Fig. 4A

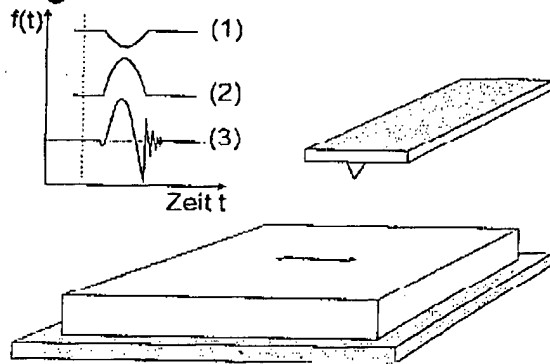


Fig. 4B

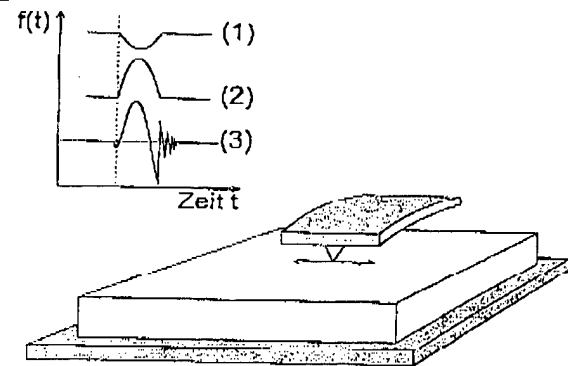


Fig. 4C

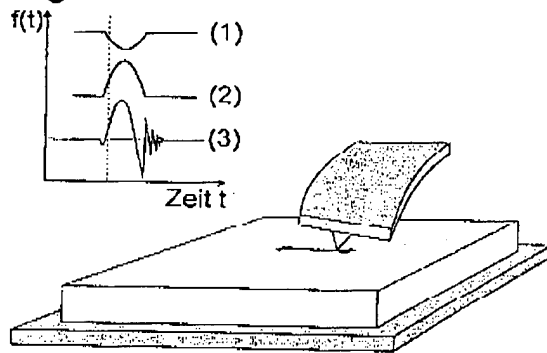


Fig. 4D

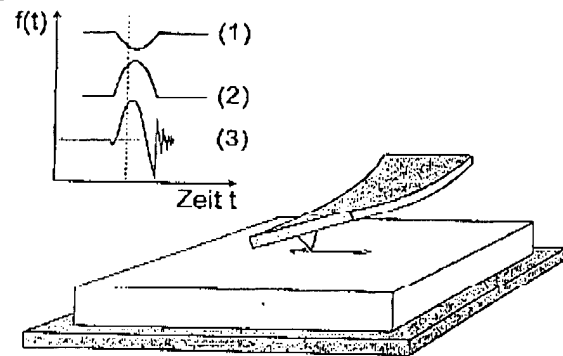


Fig. 4E

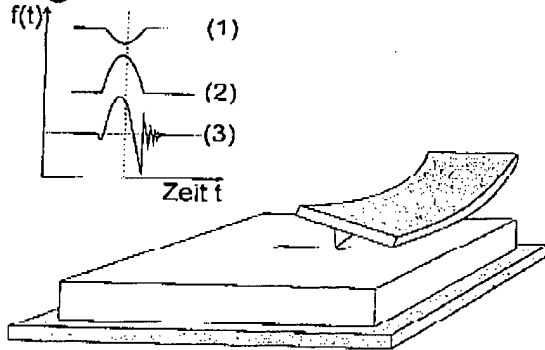


Fig. 4F

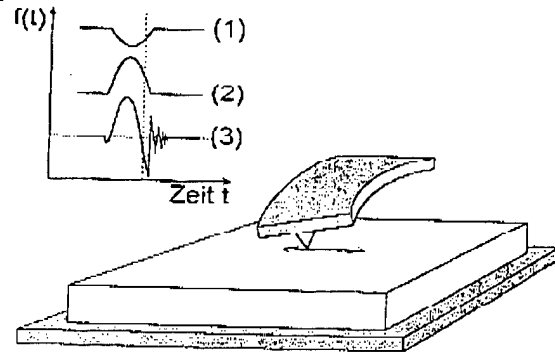


Fig. 4G

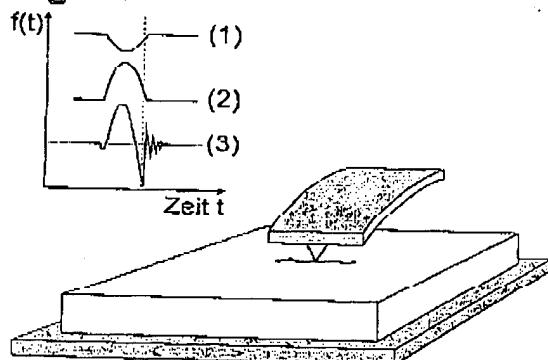
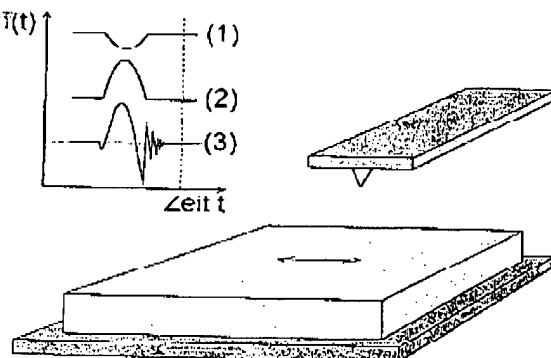


Fig. 4H



4/12

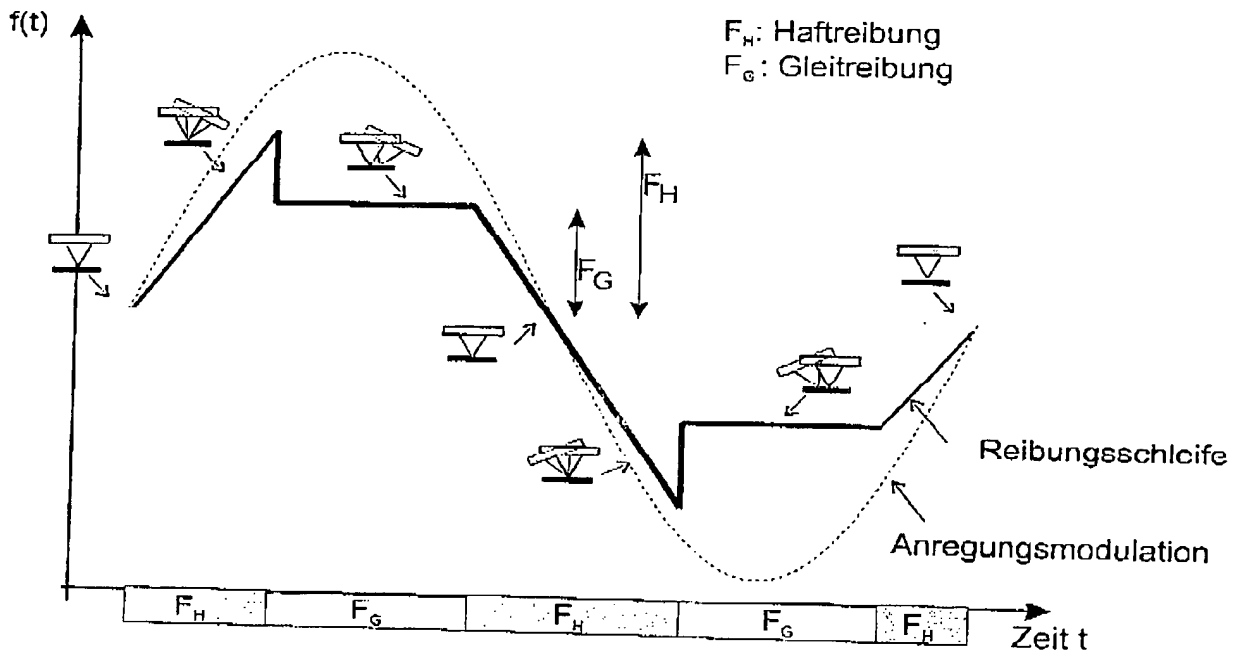


Fig. 5



5/12

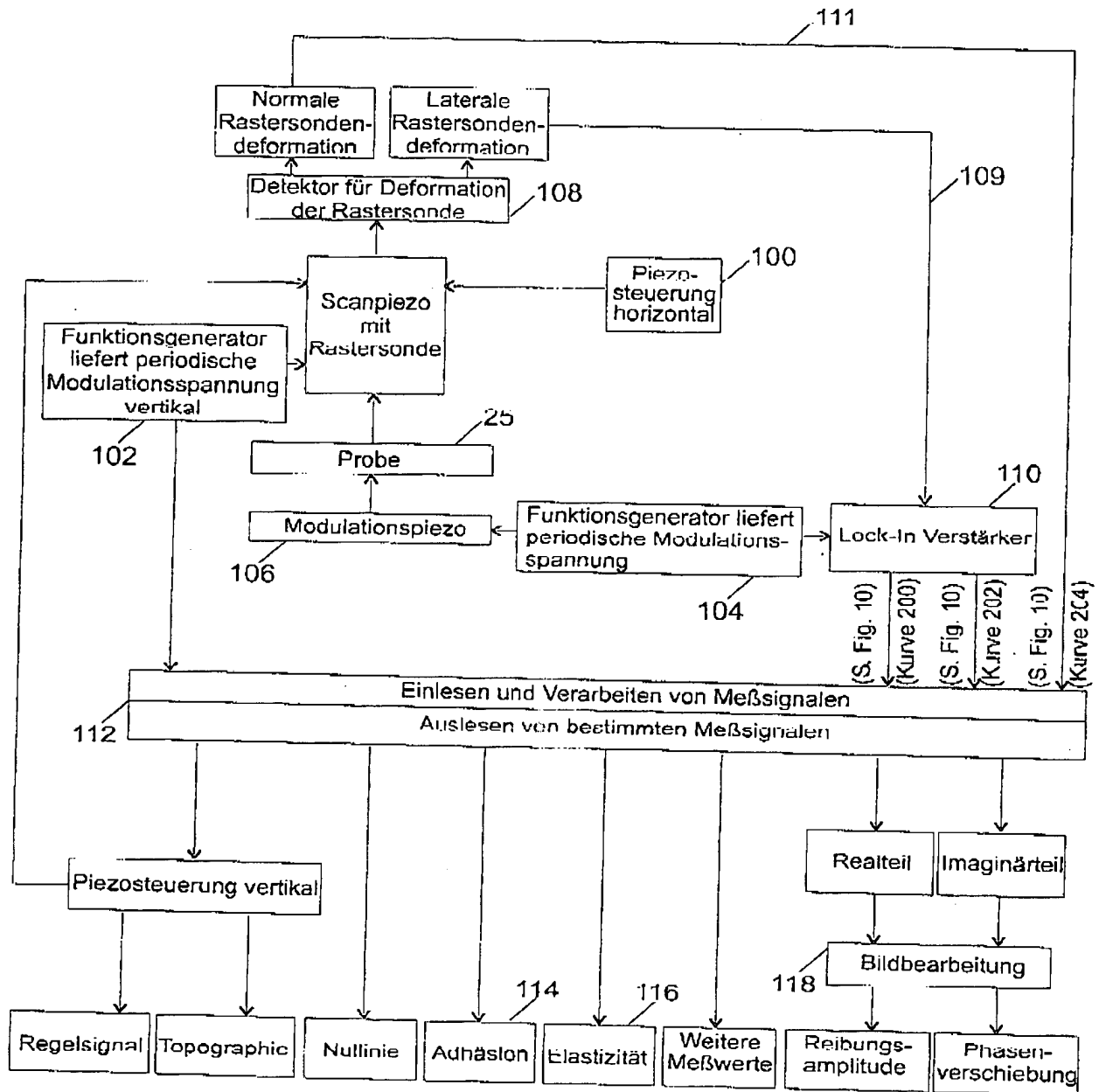


Fig. 6

6/12

Fig. 7A

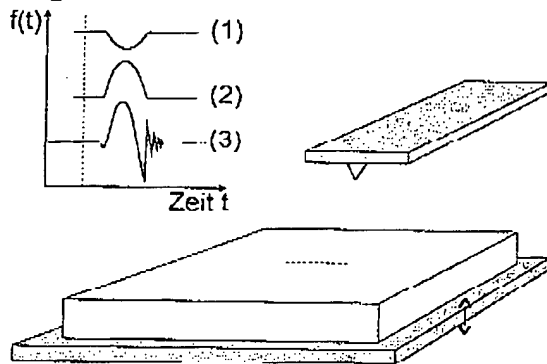


Fig. 7B

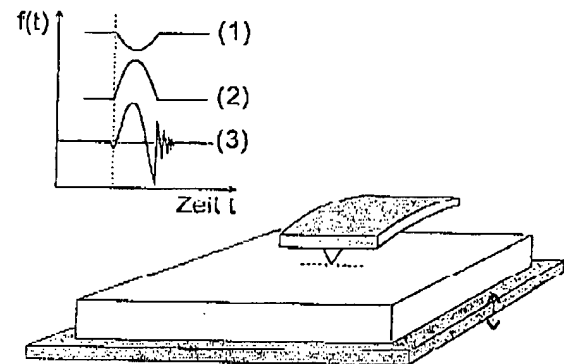


Fig. 7C

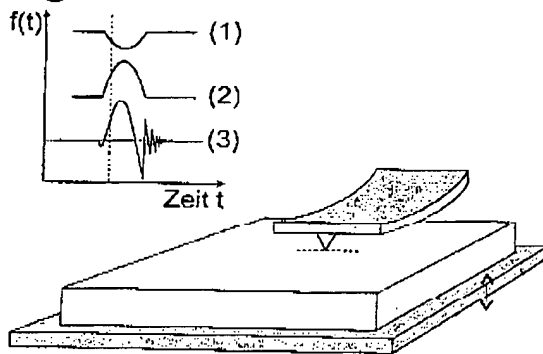


Fig. 7D

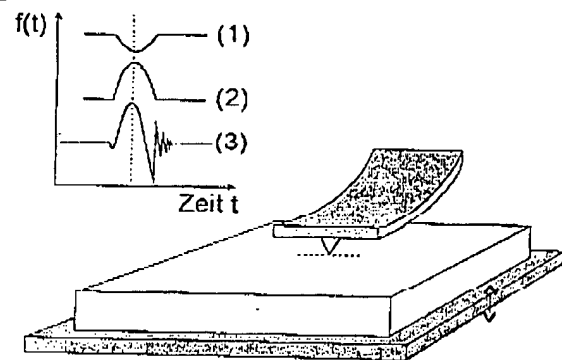


Fig. 7E

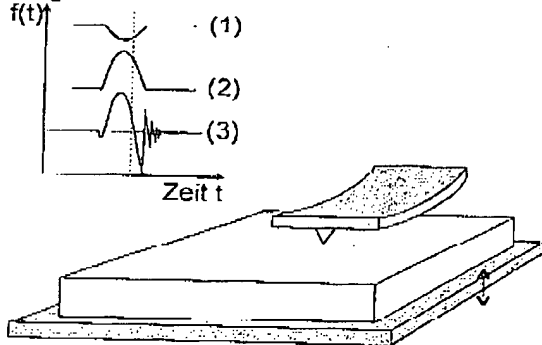


Fig. 7F

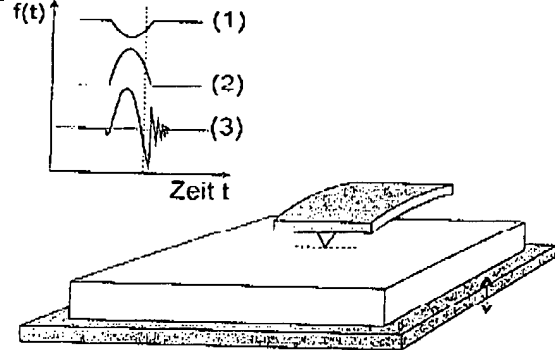


Fig. 7G

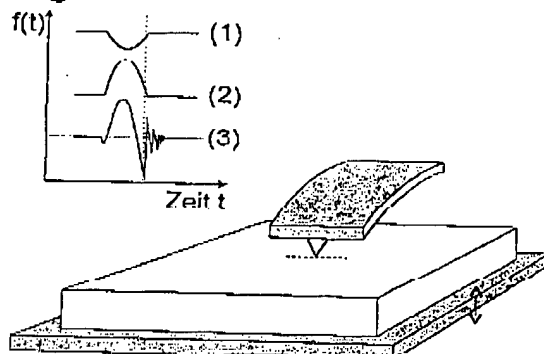
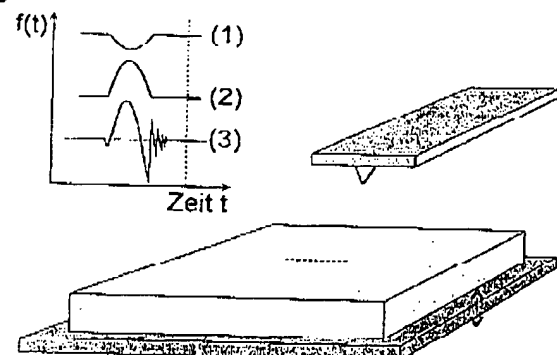


Fig. 7H





8/12

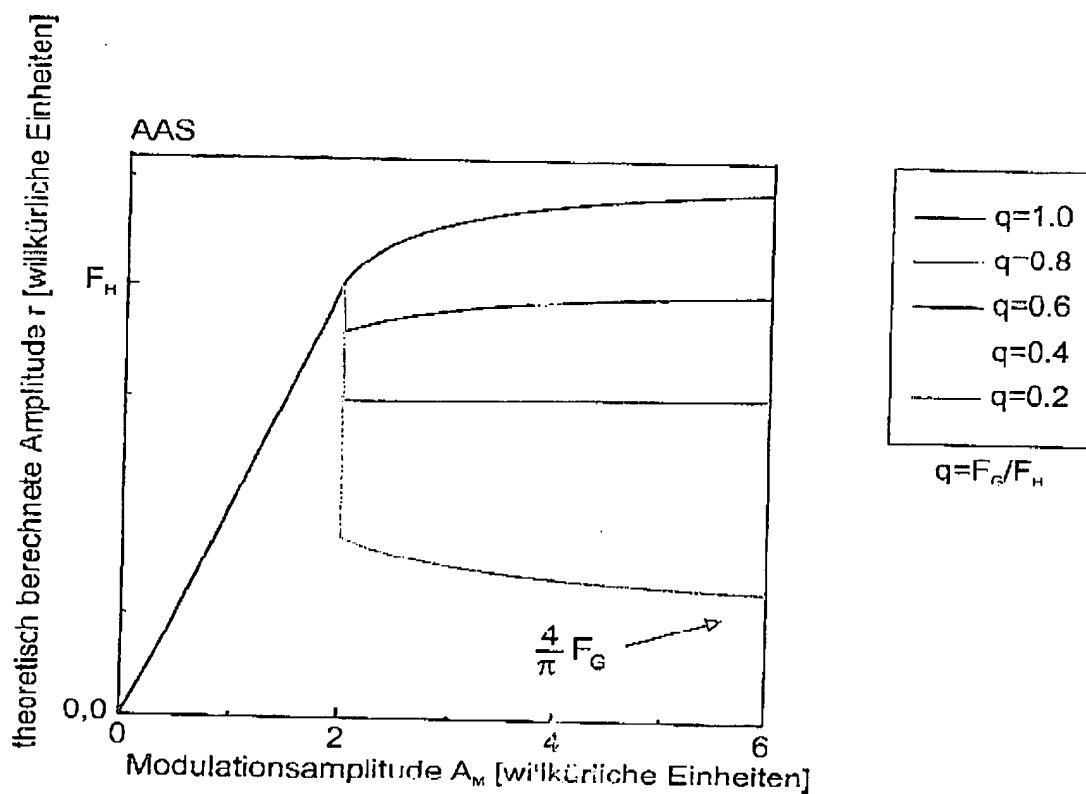


Fig. 9A

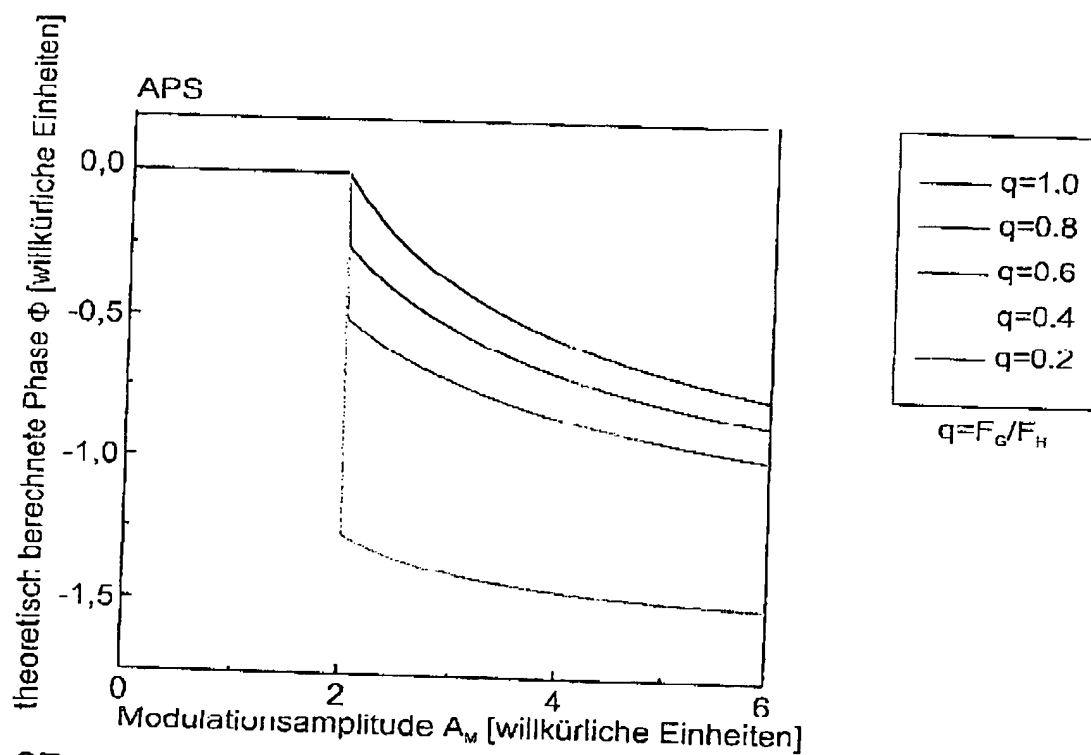


Fig. 9B

9/12

09/869789

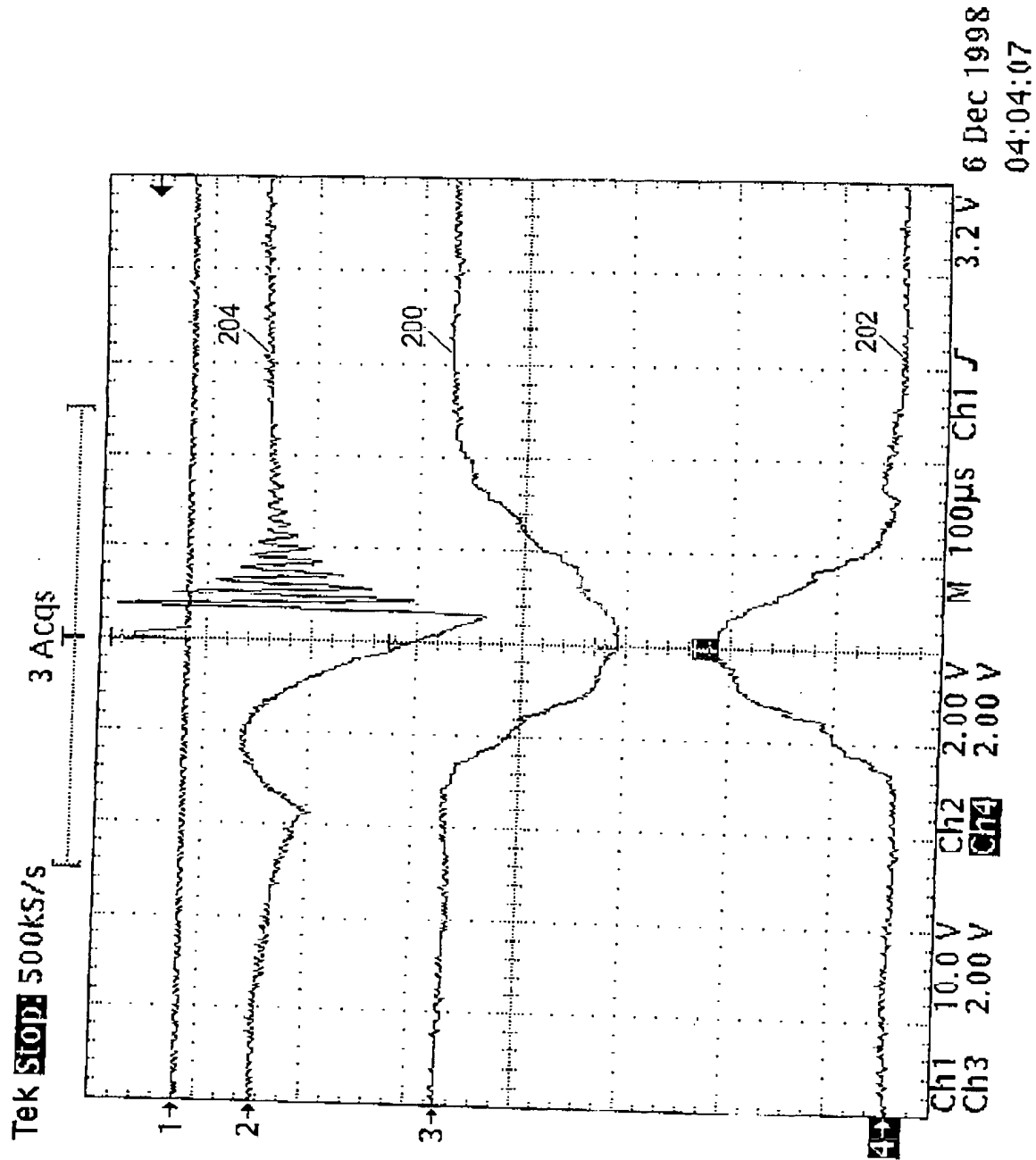


Fig. 10

10/12

09/869789

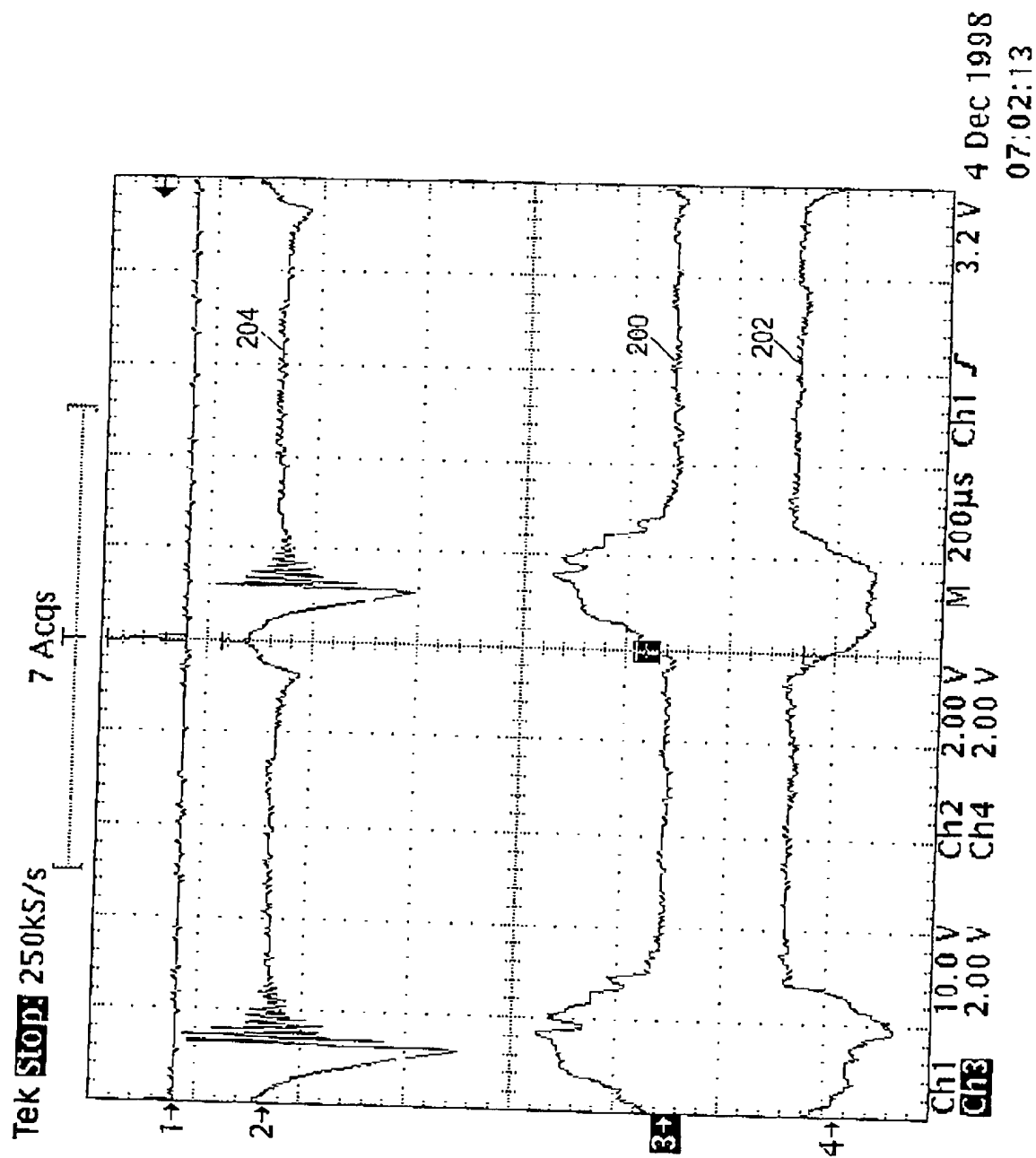


Fig. 11

11/12

Polymerprobe, Bildgröße 25  $\mu\text{m}^2$ ,  
93kHz / 1kHz

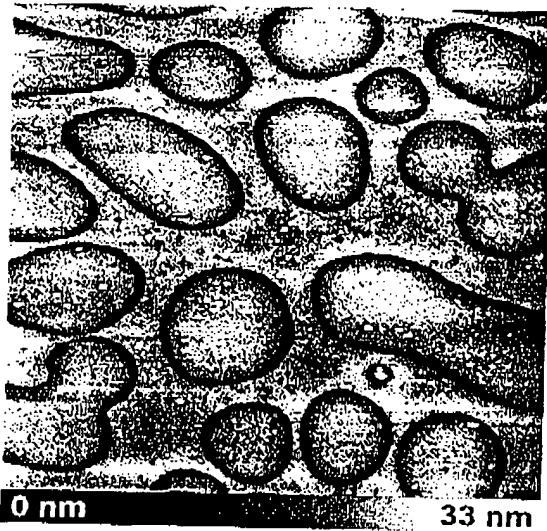


Fig.12A

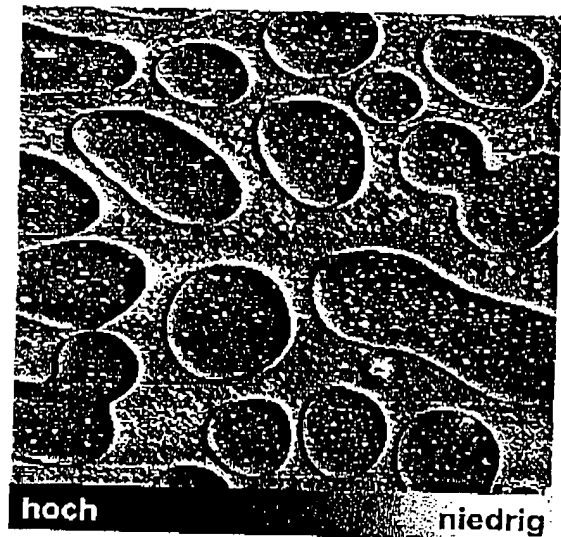


Fig.12B

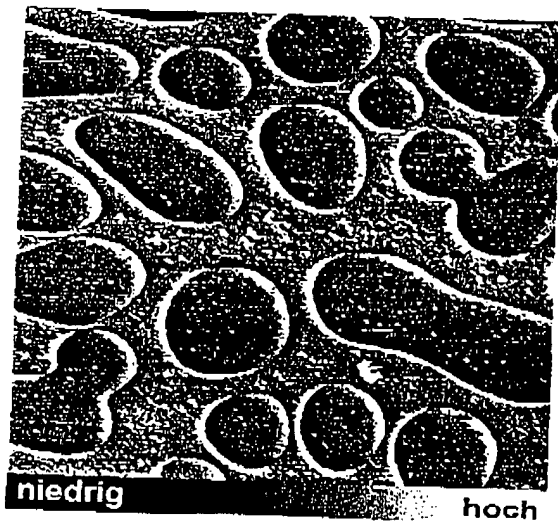


Fig.12C

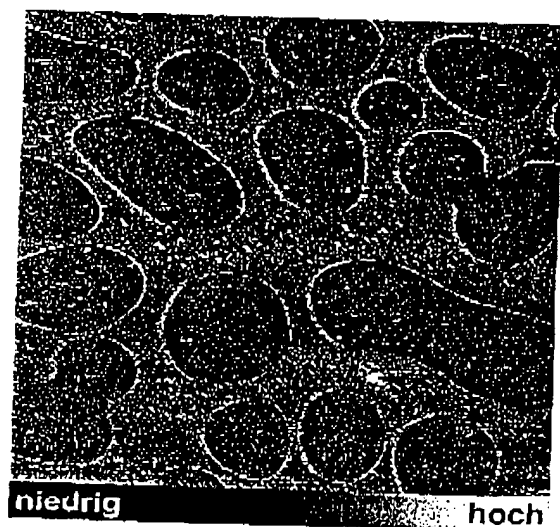


Fig.12D

12/12

Polymerprobe, Bildgröße 25  $\mu\text{m}^2$ ,  
230kHz / 1kHz

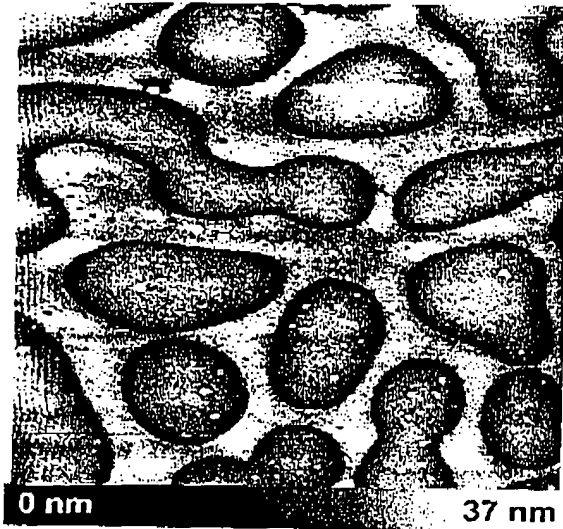


Fig.13A

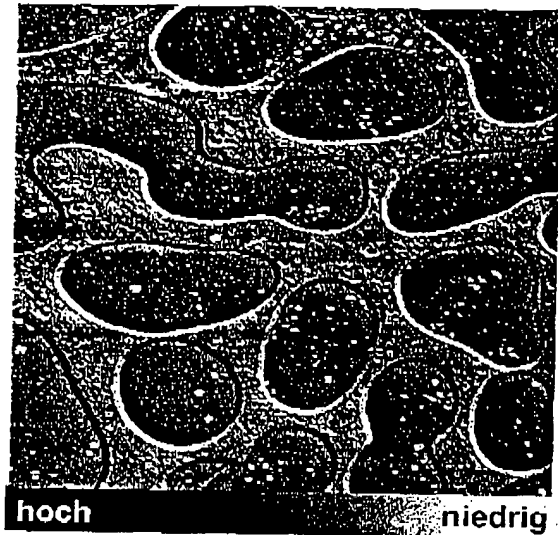


Fig.13B

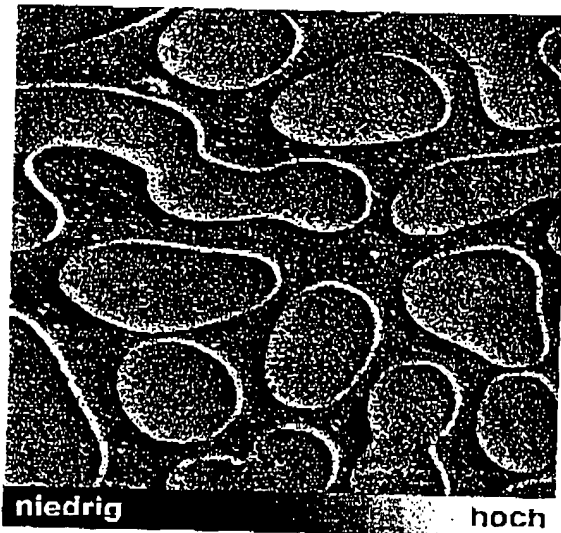


Fig.13C

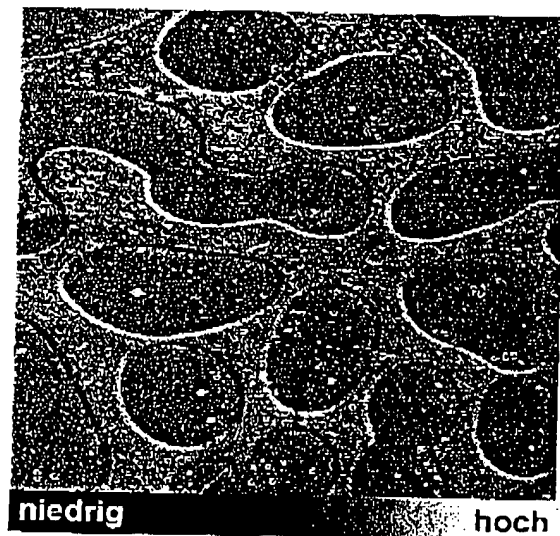


Fig.13D



VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT  
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

|   |   |   |
|---|---|---|
| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts<br><b>Uni 2 PCT</b> | <b>WEITERES<br/>VORGEHEN</b><br>siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen<br>Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit<br>zutreffend, nachstehender Punkt 5 |   |
| Internationales Aktenzeichen<br><b>PCT/DE 00/00003</b>      | Internationales Anmeldedatum<br>(Tag/Monat/Jahr)<br><b>04/01/2000</b>   | (Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)<br><b>05/01/1999</b> |
| Anmelder<br><br><b>KROTEL, Hans-Ulrich et al.</b>           |   |   |

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.



Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.



Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das



in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.



zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.



Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. 1



wie vom Anmelder vorgeschlagen



keine der Abb.



weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.



weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

**A. KLASSTIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
IPK 7 G01N13/16 G01N19/00

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RESEARCHIERTE GEBIETE**

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 G01N G01B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile   | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| X          | <p>KOLESKE D D ET AL: "DESIGN AND CALIBRATION OF A SCANNING FORCE MICROSCOPE FOR FRICTION, ADHESION, AND CONTACT POTENTIAL STUDIES"</p> <p>REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, Bd. 66, Nr. 9, 1. September 1995 (1995-09-01), Seiten 4566-4574, XP000528719</p> <p>ISSN: 0034-6748</p> <p>Seite 4566, rechte Spalte, letzter Absatz</p> <p>-Seite 4573, linke Spalte, Absatz 1;</p> <p>Abbildungen 1,3</p> <p style="text-align: center;">---</p> <p style="text-align: center;">-/--</p> | 1-3                |



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

7. Juni 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

16/06/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Müller, T

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile  | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| P, X       | EP 0 896 201 A (SEIKO INSTR INC)<br>10. Februar 1999 (1999-02-10)<br>Spalte 4, Zeile 9 -Spalte 9, Zeile 34;<br>Abbildungen 1,3<br>----  | 1-6,8              |
| A          | US 5 763 768 A (PORTER MARC D ET AL)<br>9. Juni 1998 (1998-06-09)<br>Spalte 1, Zeile 53 -Spalte 2, Zeile 17<br>Spalte 8, Zeile 39 -Spalte 11, Zeile 29;<br>Abbildungen 1,9<br>----  | 1-28               |
| A          | YAMANAKA K ET AL: "LATERAL FORCE<br>MODULATION ATOMIC FORCE MICROSCOPE FOR<br>SELECTIVE IMAGING OF FRICTION FORCES"<br>JAPANESE JOURNAL OF APPLIED<br>PHYSICS, JP, PUBLICATION OFFICE JAPANESE<br>JOURNAL OF APPLIED PHYSICS. TOKYO,<br>Bd. 34, Nr. 5B, PART 01,<br>1. Mai 1995 (1995-05-01), Seiten<br>2879-2882, XP000721036<br>ISSN: 0021-4922<br>in der Anmeldung erwähnt<br>Abbildung 1<br>----- | 1-28               |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 00/00003

| Patent document<br>cited in search report |   | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| EP 0896201                                | A | 10-02-1999          | JP 11108940 A              | 23-04-1999          |
| US 5763768                                | A | 09-06-1998          | NONE                       |                     |

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT

REC'D 19 APR 2001

### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)



161

|  |  |  |
|--|--|--|
| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts<br>Uni 2 PCT   | <b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416) |  |
| Internationales Aktenzeichen<br>PCT/DE00/00003   | Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr)<br>04/01/2000  | Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)<br>05/01/1999 |
| Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK<br>G01N13/16 |  |  |
| Anmelder<br>KROTIL, Hans-Ulrich et al.   |  |  |

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.  
  
☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  
  
 Diese Anlagen umfassen insgesamt 11 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

|  |  |
|--|--|
| Datum der Einreichung des Antrags<br><br>03/08/2000  | Datum der Fertigstellung dieses Berichts<br><br>11.04.2001   |
| Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:<br><br> Europäisches Patentamt<br>D-80298 München<br>Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d<br>Fax: +49 89 2399 - 4465 | Bevollmächtigter Bediensteter<br><br>Müller, T<br><br>Tel. Nr. +49 89 2399 2285<br><br> |

**I. Grundlage des Berichts**

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):  
**Beschreibung, Seiten:**

6-21                      ursprüngliche Fassung

1-5                      eingegangen am                      24/03/2001    mit Schreiben vom    22/03/2001

**Patentansprüche, Nr.:**

1-27                      eingegangen am                      24/03/2001    mit Schreiben vom    22/03/2001

**Zeichnungen, Blätter:**

1/12-12/12                      ursprüngliche Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,      Seiten:
- ☐ Ansprüche,      Nr.:
- ☐ Zeichnungen,      Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

1. Feststellung

|                                |                 |      |
|--------------------------------|-----------------|------|
| Neuheit (N)                    | Ja: Ansprüche   | 1-27 |
|                                | Nein: Ansprüche |      |
| Erfinderische Tätigkeit (ET)   | Ja: Ansprüche   | 1-27 |
|                                | Nein: Ansprüche |      |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (GA) | Ja: Ansprüche   | 1-27 |
|                                | Nein: Ansprüche |      |

2. Unterlagen und Erklärungen  
**siehe Beiblatt**

**D1: KOLESKE D D ET AL: 'DESIGN AND CALIBRATION OF A SCANNING  
FORCE MICROSCOPE FOR FRICTION, ADHESION, AND CONTACT  
POTENTIAL STUDIES' REVIEW OF SCIENTIFIC  
INSTRUMENTS, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK,  
Bd. 66, Nr. 9, 1. September 1995 (1995-09-01), Seiten 4566-4574,  
XP000528719 ISSN: 0034-6748**

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der  
erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und  
Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

Technisches Gebiet:

Die Anmeldung betrifft eine Vorrichtung zur Rastersondenmikroskopie.

Aufgabe:

Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Schaffung eines Rastersonden-  
Meßverfahrens, mit dem sich zumindest die Adhäsion und die Reibung gleichzeitig  
messen lassen.

Lösung:

Rastersondenmikroskop nach Anspruch 1 und Verfahren nach Anspruch 14, wobei die  
Rastersonde und/oder die Probe einer ersten und einer zweiten Schwingung  
unterworfen werden und aus den Meßsignalen gleichzeitig zwei der genannten  
Materialeigenschaften bestimmt werden.

Stand der Technik:

D1 offenbart ein Rastersondenmikroskop zur Messung der Adhäsionskräfte, der  
Reibungskräfte und des Kontaktpotentials mit einer segmentierten Photodiode sowie mit  
Piezoelementen zum Bewegen der Probe und der Rastersonde. Die Merkmale des  
kennzeichnenden Teils der unabhängigen Ansprüche werden in D1 nicht offenbart.  
Daher ist der Gegenstand der Ansprüche 1 und 14 neu (Artikel 33(2) PCT).  
Keines der im Recherchenbericht offenbarten Dokumente legt die in der Anmeldung  
vorgeschlagene Lösung Nahe. Damit erfüllen die Ansprüche 1 und 14 die Erfordernisse



der erfinderischen Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT).

Die industrielle Anwendbarkeit ist gegeben.

Ansprüche 2-13 und 15-27 sind abhängige Ansprüche und erfüllen ebenfalls das Kriterium des PCT.

## Verfahren und Vorrichtung zur gleichzeitigen Bestimmung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften einer Probenoberfläche

### Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Oberflächentopographie, die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung sowie die Elastizität und Steifigkeit, mittels eines eine Rastersonde umfassenden Rastersondenmikroskops. Die Erfindung betrifft auch ein verbessertes Rastersondenmikroskop zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Die Rastersondenmikroskopie ermöglicht die zerstörungsfreie Charakterisierung von Probenoberflächen auf molekularer bzw. atomarer Skala. Neben der Topographie einer zu untersuchenden Oberfläche können auch noch eine Reihe weiterer Oberflächeneigenschaften, wie zum Beispiel die Reibung, die Adhäsion, die Nachgiebigkeit und andere elastische Eigenschaften bestimmt werden.

Zur Klasse der Rastersondenmikroskope gehören beispielsweise das Rastertunnelmikroskop (STM: Scanning Tunneling Microscope), Nahfeldmikroskope (SNOM: Scanning Near-Field Optical Microscope) und Kraft- oder Rasterkraftmikroskope (SFM: Scanning Force Microscope bzw. RKM: Rasterkraftmikroskop).

Bezüglich näherer Informationen zur Rastersondenmikroskopie sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichung von Binnig et al. verwiesen: Binnig, G.; Quate, C. F. und Gerber, C.: Atomic Force Microscope, Phys. Rev. Lett., 930 – 933, 56 (1986).

Die Bestimmung von adhäsiven Kräften erfolgt üblicherweise über eine Messung von Kraft-Distanzkurven mittels eines Rasterkraftmikroskops. Bei einer derartigen

Messung wird die Rastersonde, d.h. die Meßspitze des Rasterkraftmikroskops, von einem größeren Abstand aus auf die zu untersuchende Probenoberfläche gefahren und anschließend wieder von ihr wegbewegt, wobei die abstandsabhängigen Kräfte über die Auslenkung eines Balkens oder Cantilevers erfaßt werden, an dem die Rastersonde angebracht ist. Nachteilig an dieser Vorgehensweise ist die recht geringe Meßgeschwindigkeit, die zudem mit einer außerordentlich speicherintensiven Bildaufnahme und einer recht zeitintensiven quantitativen Auswertung verbunden ist. Außerdem sind solche Messungen stark fehlerbehaftet. Da die Kraft-Distanzkurven zeilenweise aufgenommen werden, sind zudem Topographieinformationen nur recht aufwendig zugänglich.

Alternativ hierzu können adhäsive Kräfte auch durch eine Messung im sogenannten Pulse Force Mode (PFM) bestimmt werden. Bei diesem Meßverfahren wird die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe in einer Art Kontaktmodus periodisch mit Frequenzen im Kiloherzbereich, vorzugsweise 0,1 – 3 kHz, abgetastet. Durch diese Vorgehensweise lassen sich neben der Topographie gleichzeitig auch noch bestimmte Probeneigenschaften ermitteln, wie zum Beispiel die lokale elastische Steifigkeit und die Adhäsion. Die Adhäsionswerte werden online gemessen. Die Messung der Adhäsion mittels der Pulsed-Force-Mode Technik besitzt jedoch den Nachteil, daß die Meßgeschwindigkeit an die vertikale Modulationsfrequenz angepaßt werden muß und insoweit einer Einschränkung unterliegt. Bei einer Modulationsfrequenz von 1 kHz und einer Bildauflösung von 256 Pixel ergibt sich beispielsweise eine minimale Meßgeschwindigkeit pro Zeile von 0,256 s, um für jedes Bildpixel durch einen Kontakt zwischen der Rastersonde und der Probe einen neuen Meßwert zu bekommen.

Bezüglich näherer Informationen zum Pulsed-Force-Mode sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichungen verwiesen: S. Hild, A. Roa, G. Volswinkler und O. Marti: „Pulsed Force Mode – a new method for the simultaneous imaging of mechanical and chemical surface properties“, Bull. Mic. Soc. Can., 26, 24 (1998)

und A. Rosa, E. Weilandt, O. Marti und S. Hild: „The simultaneous measurements of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: pulsed-force mode operation“. Meas. Sci. Technol., 8, 1333 – 1338 (1997).

Neben der Messung von Adhäsionskräften können mit Hilfe der Kraftmikroskopie auch Reibungsmessungen durchgeführt werden. Die Reibungsmessungen erfolgen üblicherweise im Kontaktmodus (SFFM: Scanning Friction Force Microscopy), wobei die laterale Tordierung des Federbalkens oder Cantilevers erfaßt und als Maß für die lokale Reibung verwendet wird. Diese konventionelle Art der Reibungsmessung leidet unter einer geringen Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse. Da in den erfaßten Reibungssignalen auch Topographieeffekte enthalten sind, erhält man zudem keine qualitativen on-line-Ergebnisse. Zum Ausmitteln der unerwünschten Topographieeffekte ist vor allem bei nichtlinearisierten Scanpiezoelementen eine zeitaufwendige Bildbearbeitung erforderlich, um Hin- und Rückscanbilder zur Deckung zu bringen. Die erhaltenen Ergebnisse können zudem nicht unmittelbar in die darauffolgenden Messungen einfließen. Ferner gibt es bisher keine einheitlichen Kalibrierungsstandards zur quantitativen Bestimmung der Reibungskontraste. Mit dem SFFM-Verfahren ist außerdem nur die Gleitreibung meßbar, so daß es keine Aussage über die Haftreibung ermöglicht. Zur exakten Bestimmung der Gleitreibung in Abhängigkeit von der Normalkraft ist eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist auch eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Ein Mitschleppen von Probenverunreinigungen kann zu falschen Reibungskontrasten führen. Ferner sind auch klebrige Probensysteme nicht meßbar.

Weitere Informationen zur konventionellen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden Veröffentlichungen entnommen werden: Mate, C.M.; McCelland, G.M.; Erlandson, R.; Chiang S.: Atomic-Scale Friction of a Tungsten tip on a Graphite surface, Phys. Rev. Lett., 59, (1987), 1942; Marti, O.; Colchero, GEAENDERTES BLATT

J.; Mylnek, J.: Combined scanning force and friction microscopy of mica, *Nanotechnology*, 1, (1990), 141 – 144; Meyer, G.; Amer, N.M.: Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope, *Appl. Phys. Lett.*, (1990), 2098.

Bei einem relativ neuen Verfahren zur Bestimmung der Reibung mittels eines Rastersondenmikroskops wird die zu untersuchende Probe zusätzlich zu einer konventionellen Reibungsmessung im Kontaktmodus (SFFM) mittels eines Scherpiezoelements lateral im 10 kHz-Bereich periodisch senkrecht zur langsamen Scanrichtung moduliert, wobei die Tordierung des Federbalkens im Kontaktmodus mittels der Lock-In-Technik aufgenommen und aus den Meßergebnissen die Haft- und Gleitreibung bestimmt wird. Neben der Topographie können auch noch weitere mechanische Eigenschaften, wie das elastische Verhalten, die (Scher-)Steifigkeit und bestimmte Relaxationszeiten bestimmt werden. Zur exakten Bestimmung der Haft- und Gleitreibung in Abhängigkeit von der Normalkraft ist jedoch eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Ferner kann ein Mitschleppen von Probenverunreinigungen zu falschen Reibungskontakten führen. Außerdem sind auch hiermit klebrige Probensysteme nicht oder nur sehr schwer meßbar.

Nähere Informationen zu dieser dynamischen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden beiden Literaturstellen entnommen werden:

Yamanaka, K. und Tomita, E.: Lateral force modulation atomic force microscope for selective imaging of friction forces, *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers & Short Notes)*, Band 34, Nr. 5B, Seiten 2879 – 2882, (Mai 1995); Yamanaka, K.; Takano, H.; Tomita, E. und Fujihira, M.: Lateral force modulation atomic force microscopy of Langmuir-Blodgett film in water, *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers, Short Notes & Review Papers)*, Band 35, Nr. 10, Seiten 5421 – 5425, (Oktober 1996).

Der Vollständigkeit halber sei auch noch auf die nachveröffentlichte EP 0 896 201 A1 verwiesen, die ein Rastersondenmikroskop offenbart, das zusätzlich zu einer Rastersonde noch eine separate Detektorsonde zur Erfassung der Rastersondenauslenkung und zur Steuerung des Rastersondenabstandes bezüglich einer zu untersuchenden Probenoberfläche umfaßt. Hierbei wird die Abstandsabhängigkeit des Resonanzverhaltens der Detektorsonde bei einer Schwingungsanregung der Detektorsonde und/oder der Rastersonde mittels einer zugeordneten piezoelektrischen Schwingungseinrichtung ausgenutzt.

Ein Rastersondenmikroskop gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 ist aus der Veröffentlichung „Design and calibration of a scanning force microscope for friction, adhesion, and contact potential studies“ von Koleske et al. (Rev. Sci. Instrum., American Institute of Physics, New York (01-09-1995), 66(9), 4566 – 4574) bekannt.

Eine orts aufgelöste simultane Messung der Adhäsionskräfte und der Reibungskräfte und (weiterer mechanischer Probeneigenschaften) an der Oberfläche einer zu untersuchenden Probe ermöglicht jedoch keines der aus dem Stand der Technik bekannten Meßverfahren. Mit einer einzelnen herkömmlichen Rasterkraftmikroskopie-Messung kann entweder die Adhäsion oder die Reibung der zu untersuchenden Probe ermittelt werden. Die Bestimmung dieser beiden Größen durch eine einzige Messung mit einem Rasterkraftmikroskop ist bisher technisch noch nicht möglich.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht daher in der Schaffung eines verbesserten Rastersonden-Meßverfahrens, mit dem sich zumindest die Adhäsion und die Reibung gleichzeitig messen lassen. Die genannten Größen sollen hierbei nach Möglichkeit, sei es allein oder gemeinsam, auch noch mit anderen interessierenden Eigenschaften, wie z.B. bestimmte

## Patentansprüche

1. Rastersondenmikroskop zur Untersuchung von Probenoberflächen mit:
  - einer Rastersonde (1);
  - einer Halteeinrichtung (23) für eine Probe (25) mit einer zu untersuchenden Probenoberfläche (30);
  - einer Einrichtung (106) zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) durch die die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) so in Kontakt bringbar sind oder in Kontakt gebracht werden, daß sie auf bestimmte Art und Weise miteinander wechselwirken; und mit
  - einer Einrichtung zur Erfassung der Rastersonden- und/oder Probenbewegung;  
**gekennzeichnet durch**
    - eine Einrichtung (100, 102, 104) zur Steuerung der Rastersonden- und/oder Probenbewegung und zur Anregung einer vertikalen ersten Rastersonden- und/oder Probenschwingung sowie einer vertikalen und/oder horizontalen zweiten Rastersonden- und/oder Probenschwingung; und
    - eine Einrichtung (13, 108) zur Erfassung einer vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde (1) und zum Aufnehmen zweier die Deformation der Rastersonde (1) bei einer vertikalen ersten bzw. einer vertikalen und/oder horizontalen zweiten Schwingungsanregung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) charakterisierenden Meßsignale.
2. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 1,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Einrichtung zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zumindest ein erstes Piezoelement umfaßt.
3. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 1 oder 2,  
**gekennzeichnet durch** periodische Rastersonden- und/oder Probenschwingungen.

4. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 3,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Schwingungsrichtung parallel oder senkrecht zur Abtast- oder Scanrichtung verläuft.
5. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 3 oder 4,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Vertikalschwingung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit einer ersten Frequenz von zumindest 10 Hz und einer ersten Amplitude von zumindest 1 nm erfolgt.
6. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 5,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 500 Hz – 2 kHz und die Amplitude 10 – 500 nm beträgt.
7. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 5 oder 6,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Vertikalschwingung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zusätzlich zumindest mit einer zweiten Frequenz von zumindest 1 kHz und einer zweiten Amplitude von zumindest 0,1 nm angeregt oder moduliert ist.
8. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 7,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 5 kHz – 1 MHz und die Amplitude 1 – 10 nm beträgt.
9. Rastersondenmikroskop nach einem der Ansprüche 3 bis 8,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die zweite Rastersonden und/oder Probenschwingung eine Horizontalschwingung mit einer Frequenz von zumindest 500 Hz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm ist.



10. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 7,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 10 – 100 kHz und die Amplitude 1 – 30 nm beträgt.
11. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**gekennzeichnet durch**  
eine Auswerteeinrichtung (17) für die beiden Meßsignale zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit.
12. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 11,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Auswerteeinrichtung einen Lock-In-Verstärker (17) und/oder einen Mikrocomputer (112) umfaßt.
13. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Rastersonde (1) eine Spitze (5) eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops ist.
14. Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit einer zu untersuchenden Probenoberfläche (25), mittels eines eine Rastersonde (1) umfassenden Rastersondenmikroskops mit folgenden Verfahrensschritten:
  - 14.1 Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30) bis die Rastersonde (1) an einer zu untersuchenden vorbestimmten Stelle (34) der Probenoberfläche (30)

- auf bestimmte Art und Weise mit der Probenoberfläche (30) wechselwirkt, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer vertikalen ersten Schwingung unterworfen wird;
- 14.2 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden ersten Meßsignals;
- 14.3 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden zweiten Meßsignals, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer horizontalen und/oder vertikalen zweiten Schwingung unterworfen wird;
- 14.4 Bestimmung der gewünschten Materialeigenschaften aus den beiden Meßsignalen; und
- 14.5 Abtasten des zu untersuchenden Bereichs der Probenoberfläche (30) durch Rückkehr zu dem Verfahrensschritt 14.1.
15. Verfahren nach Anspruch 14,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) zumindest einer periodischen Schwingung unterworfen wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Schwingungsrichtung senkrecht oder parallel zur Abtast- oder Scanrichtung gewählt wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die vertikale Schwingung oder die vertikalen Schwingungen eine Frequenz von zumindest 10 Hz und eine Amplitude von zumindest 1 nm besitzen.

18. Verfahren nach Anspruch 17,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 500 Hz – 2 kHz und die Amplitude 10 - 500 nm beträgt.
19. Verfahren nach Anspruch 17 oder 18,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß der oder den vertikalen Schwingungen zumindest eine zweite Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 1 kHz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm überlagert wird.
20. Verfahren nach Anspruch 19,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 5 kHz – 1 Mhz und die Amplitude 1 – 10 nm beträgt.
21. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 20,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die horizontale Schwingung eine Frequenz von zumindest 500 Hz und eine Amplitude von zumindest 0,1 nm besitzt.
22. Verfahren nach Anspruch 21,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Frequenz 10 – 100 kHz und die Amplitude 1 – 30 nm beträgt.
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 22,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
daß die Rastersonde (1) mit einer bestimmten Normalkraft mit der Probenoberfläche (30) in Kontakt gebracht wird.
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 23,  
**dadurch gekennzeichnet,**

daß zur Auswertung der Meßsignale ein Lock-In-Verstärker (17, 110) und/oder ein Mikrocomputer (112) verwendet wird.

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 24,

**dadurch gekennzeichnet,**

daß als Rastersonde (1) die Spitze (5) eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops verwendet wird.

26. Verfahren nach Anspruch 25,

**dadurch gekennzeichnet,**

daß die Spitze (5) des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen Nahfeldmikroskops in einer gemeinsamen Rastersonde (1) integriert sind.

27. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 26,

**dadurch gekennzeichnet,**

daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) gleichzeitig zumindest einer vertikalen und zumindest einer horizontalen Schwingung unterworfen werden.